高镍锍化学分析方法

第7部分：银含量的测定

火焰原子吸收光谱法

编制说明

北矿检测技术有限公司

方迪 阮桂色

2018年11月

高镍锍化学分析方法

第7部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法

编制说明

**一、工作简况**

1.1 方法概况

1.1.1项目的必要性

高镍锍矿石中含有大量的有价元素，如镍、铁、钴、铜、硫、铅、锌、砷、银、金、铂、钯等。其作为一种选冶物料，市场交易量逐渐增大，但是其中银含量的测定在国内没有系统成熟的分析检测方法，造成了资源的浪费和相关企业利益的损失，因此，建立高镍锍中银含量的测定方法很有必要。

1.1.2 适用范围

 本标准适用于高镍锍中银含量的测定。测定范围：20g/t～300g/t。

1.1.3可行性

北矿检测技术有限公司为国家重有色金属质量监督检验中心、国家进出口商品检验有色金属认可实验室、中国有色金属工业重金属质检中心、科技成果检测鉴定国家级检测机构，在国内有色金属分析领域具有权威地位。公司拥有多台火焰原子吸收光谱仪，具备项目研究所需的仪器设备。标准起草人员多次参与有色行业标准的起草、验证等工作，具有丰富的方法研究经验。

目前国内市场上高镍锍交易量逐渐增大，本标准的建立对企业在后续生产及市场交易提供有力的指导。本标准在起草、调研中得到了金川集团股份有限公司、中国桂林矿产地质研究院有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、兰州新材料科技股份有限公司、湖南有色地质勘查研究院、贵州省分析测试研究院、福建紫金矿冶测试技术有限公司厦门分公司、广西冶金产品质量检验站、浙江华友钴业股份有限公司、亚通焊材股份有限公司等积极响应。

1.1.4 要解决的主要问题

 目前国内尚无统一的高镍锍化学分析方法，导致贸易时常有争议。高镍锍中含有贵金属银，准确测定此类物料中银的含量，建立银的检测分析方法，可为后续生产和市场交易提供依据。

1.2 任务来源

根据工业和信息化部“关于印发2017年第一批行业标准制修订计划的通知”（工信厅科[2017]40号）的文件精神，以及全国有色金属标准化技术委员会“关于印发《氧化铟锡靶材化学分析方法》等18项标准任务落实会会议的通知”（有色标委[2017]95号）及相关会议纪要的文件精神，确定《高镍锍化学分析方法第7部分：银含量的测定火焰原子吸收光谱法》由北矿检测技术有限公司负责起草，项目计划编号：计划号为2017-0161T-YS，项目计划完成时间为2019年。

协助起草单位包括金川集团股份有限公司、中国桂林矿产地质研究院有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、兰州新材料科技股份有限公司、湖南有色地质勘查研究院、贵州省分析测试研究院、紫金矿业集团股份有限公司、广西冶金产品质量检验站、浙江华友钴业股份有限公司、亚通焊材股份有限公司。

2017年10月24日～26日，全国有色金属标准化技术委员会在浙江省杭州市召开了有色金属标准工作会议，来自全国有色金属标准化技术委员会、北矿检测技术有限公司等15家单位的20余名代表参加了会议，落实了标准计划项目的进度安排和分工。

1.3 本标准编制单位、起草人及所做工作

本标准由北矿检测技术有限公司负责起草，主要起草人为方迪、阮桂色，主要负责本标准的方法制定、资料收集、技术参数的确定及标准条款的编写工作。

本部分参与起草单位包括金川集团股份有限公司、中国桂林矿产地质研究院有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、兰州新材料科技股份有限公司、湖南有色地质勘查研究院、贵州省分析测试研究院、紫金矿业集团股份有限公司、广西冶金产品质量检验站、浙江华友钴业股份有限公司、亚通焊材股份有限公司。参与起草人与验证人：喻生洁、杨红玉、李希凯、赵志虎、雷萍、王奕昀、邱丽、唐荣盛、墨淑敏、王长华、林翠芳、徐艳燕、朱国忠、马群、聂小明、韦莉、孙云超、王茁、兰万贵、胡馨驰、林常兰、夏珍珠、谢柏华、沈佳跃、张玲玲、陈莉。

1.4 主要工作过程

2017年10月24日～26日，全国有色金属标准化技术委员会在浙江省杭州市召开了轻金属、重金属、稀有金属、粉末冶金、贵金属分标委会全体会议（有色标委[2017]32号），会议确定了本标准制定的起草单位和参与验证单位，落实了标准计划项目的进度安排和分工，项目编号（工信厅科[2017]40号2017-0160T-YS）。

 2018年8月21日～23日，全国有色金属标准化技术委员会在宁夏回族自治区银川市召开了“高镍锍化学分析方法、二氧化碲化学分析方法等系列行业标准”预审会。会议对标准讨论稿、试验报告及验证报告进行分析和讨论，并安排了系列标准研究的后续工作。在此期间，各验证单位对本标准的主要修改意见如下：

1）深圳市中金岭南有色金属股份有限公司提出：

①在试验报告章节“2.4”中，建议银含量的计算结果以百分数表示到小数点后第4位。不采纳，已有的国标及行业标准中，银含量计算结果均是以g/t表示。

②在试验报告章节“3.4”中，在5%盐酸介质中1.60μg/mL的银标准溶液吸光度会偏低。不采纳，多家验证单位验证在5%～20%盐酸介中1.60μg/mL银标准溶液的吸光度基本不变。

2）兰州金川新材料科技股份有限公司提出：

①在试验报告章节“2.3.1.1”中，部分样品分解完有白色沉淀物，建议增加静置或过滤环节，或者在溶样过程加入少许氟化物。不采纳，试验报告章节”3.1“中溶样方式二和方式一的测定结果已经证实白色沉淀物对银的测定无影响。

②在试验报告章节“2.3.1”中，建议银含量在100克/吨以上分取测定。采纳。

③试验报告章节“2.3.1.1”中，建议铅、锌、砷的溶样方法与本方法共用。不采纳，两个方法称样量不一致。

④在试验报告章节“2.3.2”中，建议标准曲线延伸到2.4μg/mL,称样量改为0.4g，不分取直接测定。不采纳，标准曲线最高点到2.4μg/mL会使吸光度过高，曲线弯曲导致测定结果偏低。

⑤在试验报告章节“3.5”中，建议增加钙、镁、硅干扰试验。不采纳，试验报告章节“3.1”中溶样方式二加氢氟酸溶样比对试验、加标回收试验结果证实，硅对银的测定无影响，同时样品中钙镁含量很低，基本无干扰。

3）紫金矿业集团股份有限公司提出：

①在预审稿章节“1”中，银的测定范围：20g/t～300g/t与任务落实会议中的测定范围：10g/t～300g/t不一致。不采纳，根据样品提供单位提供的样品中银的实际含量确定了标准方法的测定范围。

②在预审稿章节“5”中，建议高镍锍试样粒度表述统一。采纳。

 2018年12月第二次工作会议，审定会。

**二、标准编制原则**

本标准是根据GB/T1.1-2009《标准化工作导则第1部分：标准的结构和编写规则》和GB/T20001.4-2001《标准编写规则第4部分：化学分析方法》的要求进行编写的。编制本标准的目的是以能满足高镍锍中银含量的准确快速测定要求为基础。编制本标准的原则是准确、具有一定的先进性和操作简单性。根据国情制订技术规范并力求与国外先进技术接轨。

**三、标准主要内容的确定依据**

3.1银含量范围确定及使用检测手段确定

根据金川集团股份有限公司等单位提供的高镍锍试样以及在实际生产中遇到的样品，确定高镍锍中银含量的测定范围为20g/t~300g/t。对于试样中20g/t~300g/t银含量的检测，从普及程度及成本方面考虑，最终选择了火焰原子吸收光谱法。

3.2溶样方式的确定

对比了两种不同的溶样方式，测定结果基本一致，考虑到耗时及成本，从而选择了较优的溶样方式，见实验报告3.1。

3.3原子吸收光谱仪工作条件的确定

 根据原子吸收光谱仪的工作原理，从灯电流、乙炔流量、单色器通带、燃烧器高度四个方面进行了考察，确定了最佳工作条件，见实验报告3.2。并在此基础上，考察了仪器的综合性能，确定了工作曲线、特征浓度、最小稳定性、检出限。见实验报告3.3

3.4确定了待测溶液的介质

 选择了不同浓度的盐酸介质，从测定结果来考察，确定了待测溶液的介质浓度，见实验报告3.4。

3.5干扰及消除

根据金川集团股份有限公司等单位提供的试样进行半定量分析发现，高镍锍中各元素的含量范围为：Ni 35%~70%，Cu 5%~35%，Fe1%~ 5%，Co 1%左右，S 25%左右，Pb、Zn、As都小于1%。从测定结果考察了各干扰元素对银含量测定的影响，见实验报告3.5。

3.6重复性及再现性

铜冶炼分银渣中锡量测定的原始数据及原始数据统计检验过程见《实验数据及处理》第1部分至第3部分。剔除离群值后，重复性、再现性计算结果见表1。

表1重复性和再现性

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 7# | 10# | 9# | 6# | 8# |
| T1 | 2791.70 | 8709.60 | 12883.40 | 20491.10 | 33727.60 |
| T2 | 71674.23 | 632918.89 | 1383624.55 | 3853620.61 | 9482386.92 |
| T3 | 109 | 120 | 120 | 109 | 120 |
| T4 | 1115 | 1236 | 1236 | 1115 | 1236 |
| T5 | 79.1569 | 207.9538 | 745.5730 | 2037.9561 | 3213.3364 |
| Sr2 | 0.8077 | 1.9255 | 6.9035 | 20.7955 | 29.7531 |
| SL2 | 1.6740 | 6.8818 | 3.3301 | 12.7067 | 22.4973 |
| SR2 | 2.4817 | 8.8073 | 10.2336 | 33.5022 | 52.2505 |
| Sr | 0.8987 | 1.3876 | 2.6274 | 4.5602 | 5.4546 |
| SR | 1.5753 | 2.9677 | 3.1990 | 5.7881 | 7.2284 |
| 总平均值 | 25.6 | 72.6 | 107 | 188 | 281 |
| r | 2.5 | 3.9 | 7.4 | 12.9 | 15.4 |
| R | 4.5 | 8.4 | 9.1 | 16.4 | 20.5 |

3.7 样品加标回收率

为了考察本试验的准确度，选取了5个代表样，按照拟定的分析方法进行回收率试验，加标回收率在96.1%~105.0%之间，见表2。方法适用于银含量在20g/t~300g/t间的高镍锍中银含量的测定，可作为行业标准方法推广使用。

表2 加标回收实验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | Ag含量μg | 加入量μg | 测得量μg | 回收率，% |
| 7# | 13.2 | 6 | 19.5 | 105.0 |
| 432ef30 | 43.1 | 99.7 |
| 10# | 36.8 | 18 | 55.2 | 102.2 |
| 70 | 107.2 | 100.6 |
| 9# | 53.0 | 26 | 78.2 | 96.9 |
| 100 | 151.8 | 98.8 |
| 6# | 92.5 | 46 | 136.7 | 96.1 |
| 180 | 274.6 | 101.2 |
| 8# | 139 | 70 | 207.4 | 97.7 |
| 280 | 424.5 | 102.0 |

**四、标准水平分析**

经过资料搜索，均无与高镍锍中银含量测定相关的分析标准。本标准是首次制订，填补了国际、国内高镍锍中银含量测定标准的空白。与会代表一致认为：《高镍锍化学分析方法》系列标准的编写符合GB/T 1.1-2009《标准化工作导则》的编制要求。该标准技术先进、可操作性强，结构合理、文字简练、条理清晰。

**五、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套的情况**

本标准完全满足现行法律、法规等的要求，标准格式规范。

**六、标准中涉及到的专利**

无

**七、重大分歧意见的处理经过和依据**

 无

**八、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议**

建议该标准作为推荐性行业标准。

**九、贯彻标准的要求和措施建议**

无

**十、废止现行有关标准的建议**

本标准为首次起草，无废止/替代现行有关标准。

**十一、其他应予说明的事项**

 本标准首次规定了高镍锍中银含量的测定方法。本标准在制定过程中，调研了国内多家冶炼企业，标准技术先进，具有充分的可操作性、适用性，综合水平达到了 水平，完全能够满足国内外用户、市场的需求。本标准为高镍锍中银含量的测定提供依据，有利于企业提高对高镍锍的综合利用，实现资源循环利用及有价金属材料生产。