ICS 77.120.60

H13

|  |
| --- |
|  |

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX. XX—20XX

|  |
| --- |
|  |

高硫渣化学分析方法

第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法     

Methods for chemical analysis of high-sulfur slag - part 2: Determination of silver content — The flame atomic absorption spectrometry method

|  |
| --- |
|  |
| 报批稿 |

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中华人民共和国工业和信息化部      发布

前  言

YS/Txxxx《高硫渣化学分析方法》共分为2部分：

——第1部分：硫量的测定燃烧法；

——第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为YS/T XXXX XX的第2部分。

本部分按照GB/T1.1-2009给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC）提出并归口。

本部分起草单位：云南驰宏锌锗股份有限公司、呼伦贝尔驰宏矿业有限公司

高硫渣化学分析方法

第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法

1. 范围

本部分规定了锌湿法冶炼高硫渣中银含量的测定方法。

本部分适用于锌湿法冶炼过程中高硫渣中银含量的测定。测定范围：50 g/t～500 g/t。

1. 方法提要

试样在电炉上灼烧后用氟化铵、盐酸分解,然后继续加入硝酸进一步分解完全，在20%盐酸介质中，于原子吸收分光光度计波长328.1nm处测量其吸光度，按标准工作曲线法计算银元素含量。

1. 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

盐酸（ρ 1.19 g/mL）。

硝酸（ρ 1.42 g/mL）。

硝酸（1+1）。

氟化铵溶液(250 g/L)。

银标准贮存溶液：准确称取0.5000g金属银（ωAg≥99.99%）于100mL烧杯中，加入20mL硝酸（3.4），微热溶解完全，煮沸除去氮的氧化物，冷却至室温，移入1000mL容量瓶中，加入20mL硝酸（3.4），用不含氯离子水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含0.5mg银。

银标准溶液：移取5.00mL银标准储备液（3.5）于250mL容量瓶中，加入4mL硝酸（3.4），用不含氯离子的水稀释至刻度混匀。此溶液1mL含10μg银。

1. 仪器和设备

原子吸收光谱仪，附银元素空心阴极灯。

1. 在仪器的最佳工作条件下，在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中，银的特征浓度不大于0.06µg/mL，用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量11次，吸光度的相对标准偏差不超过1.5 %。方法检出限大于0.1µg/mL。
2. 仪器推荐谱线：328.1nm。
3. 样品

样品粒度应不大于100 μm。

样品预先在75℃～80℃烘箱中烘1 h，置于干燥器中冷却至室温。

1. 分析步骤
   1. 试料

按照表1称取试样，精确至0.0001 g。

1. 试料质量、加入盐酸体积和试液总体积

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 银含量g/t | 试料量/g | 加入盐酸（3.1）体积/mL | 试液总体积/mL |
| 50～100 | 1.0 | 20 | 100 |
| ＞100～300 | 0.5 | 20 | 100 |
| ＞300～500 | 0.3 | 40 | 200 |

* 1. 测定次数

独立地进行2次测定，取其平均值。

* 1. 空白试验

随同试料做空白试验。

* 1. 测定
     1. 试料的分解

将试料（6.1）置于60ml瓷坩埚中在电炉上加热至200℃左右坩埚中的单质硫开始燃烧，蓝色火焰消失燃烧完毕冷却转移至300mL烧杯中并用大约20～30mL盐酸(3.1)冲洗坩埚，加入氟化铵(3.4)2mL，低温分解10～20分钟（视试样分解程度）加入5mL硝酸(3.2)，继续分解至近干，取下冷却，按表2加入盐酸(3.1)，沿杯壁加入30mL蒸馏水，煮沸3分钟，取下冷却至室温，移入容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，放置澄清至溶液清亮。

* + 1. 测定

原子吸收光谱仪波长328.1nm处，使用空气-乙炔火焰，以水调零测量试液的吸光度减去随同试料空白吸光度，从工作曲线上查出相应的银浓度。。

* + 1. 工作曲线的绘制

移取0 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、25.00 mL银标准溶液（3.6）于一组100 mL容量瓶中，加入20 mL盐酸（3.1），用水稀释至刻度，混匀。在原子吸收光谱仪上，于波长328.1nm处，以水调零测量系列标准溶液的吸光度。分别以被测元素的浓度为横坐标，发吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，工作曲线的相关系数需达到0.9995以上。

1. 试验数据处理

银元素含量以质量分数*w*Ag计，数值以g/t表述，按公式（1）进行计算：

……………………………………（1）

式中：

*ρ*Ag——试液中银的浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ*0——空白溶液中银的浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V* ——定容体积，单位为毫升（mL）；

*m* ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留至个位。

1. 精密度(数据不完整待更新)
   1. 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5 %，重复性限（*r*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

1. 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*Ag/g/t | 87 | 107 | 236 | 445 | 477 |
| *r* | 5 | 8 | 10 | 15 | 15 |

* 1. 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5 %，再现性限（*R*）按表3数据采用线性内插法或外延法求得。

1. 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*Ae/g/t | 87 | 107 | 236 | 445 | 477 |
| *R* | 6 | 9 | 19 | 22 | 22 |

1. 试验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

1. 样品；
2. 使用的标准；
3. 分析结果及其表示；
4. 与基本分析步骤的差异；
5. 测定中观察到的异常现象；
6. 试验日期。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_