

ICS 77.040.30

CCS D 42

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 341.7—202X

镍精矿化学分析方法

第7部分：银含量的测定

火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of nickel concentrates —

Part 7: Determination of silver content —

Flame atomic absorption spectrometry

(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

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件为 YS/T 341《镍精矿化学分析方法》的第7部分。YS/T 341《镍精矿化学分析方法》已经发布了以下部分：

- 第1部分：镍量的测定 丁二酮肟沉淀分离—EDTA 滴定法；
- 第2部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第3部分：氧化镁量的测定 EDTA 滴定法；
- 第4部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第5部分：铜、铅、锌、镁、镉和砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第6部分：金、铂和钯含量的测定 火试金富集—电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第7部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：金川集团股份有限公司、北矿检测技术有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、南通海关综合技术中心、兰州海关技术中心、国标（北京）检验认证有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司凡口铅锌矿、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、连云港海关综合技术中心、浙江华友钴业股份有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、贵州省分析测试研究院、长沙矿冶研究院有限责任公司、白银有色集团股份有限公司。

本文件主要起草人：喻生洁、杨红玉、赵志虎、罗海霞、李小玲、施锦辉、马鑫、王新潮、李肖瑶、孙海峰、唐萍、唐荣盛、潘玉喜、徐师、谢柏华、叶玲玲、李书贤、周元敬、谢喜、马得莉、傅饶、孙丽宁、郭寒攀、吴雪英、范娟惠、陈雄飞、寇明升、梁俊生、魏雅娟、田佳、苟光芬。

引 言

镍精矿是含镍矿石经浮选或其他方法选矿得到精矿产品，主要用于镍的冶炼。镍精矿中常伴生银等贵金属元素，采用行业认可的分析方法测定银含量，既能有效指导生产企业对镍精矿中银的提炼，又满足贸易结算的需求。因此，制定了针对镍精矿中银含量测定的分析方法标准。

YS/T 341《镍精矿化学分析方法》由7个部分构成，本文件为第7部分。

- 第1部分：镍量的测定 丁二酮肟沉淀分离—EDTA滴定法；
- 第2部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第3部分：氧化镁量的测定 EDTA滴定法；
- 第4部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第5部分：铜、铅、锌、镁、镉和砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第6部分：金、铂和钯含量的测定 火试金富集—电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第7部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本文件的制定是基于供需双方的需求。该标准的建立有助于提高镍精矿中银的回收利用，便于供应商和客户之间采用统一的分析方法开展检测，有利于减少因检测方法差异造成的商业纠纷，具有很好的经济效益和社会效益。

镍精矿化学分析方法

第7部分：银含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件规定了镍精矿中银含量的测定方法。

本文件适用于镍精矿中银含量的测定。测定范围：10.0 g/t~150.0 g/t。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语与定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料用氟化氢铵、盐酸、硝酸、高氯酸分解，在盐酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处，测量银的吸光度，按工作曲线法计算银含量。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上纯度的试剂。

5.1 水，符合 GB/T 6682 中规定的二级及以上纯度的水。

5.2 氟化氢铵。

5.3 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

5.4 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

5.5 高氯酸($\rho=1.67$ g/mL)。

5.6 盐酸(1+1)。

5.7 硝酸(1+1)。

5.8 银标准贮存溶液：称取 1.0000 g 银($w_{\text{Ag}}\geq 99.99\%$)置于 250 mL 烧杯中，加入 50 mL 硝酸(5.7)，微热至溶解完全，取下，冷却至室温，移入 1000 mL 棕色容量瓶中，补加 50 mL 硝酸(5.7)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 银。

5.9 银标准溶液：移取 5.00 mL 银标准贮备溶液(5.8)于 250 mL 容量瓶中，加入 50 mL 硝酸(5.7)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 银。

6 仪器设备

原子吸收光谱仪，附银空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

- 特征浓度:在与测量试液基体相一致的溶液中,银的特征浓度应不大于 0.03 $\mu\text{g/mL}$;
- 精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0 %;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5 %;
- 工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.80。

7 样品

- 7.1 样品粒度应不大于 154 μm 。
- 7.2 样品预先在 105 $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h,置于干燥器中冷却至室温备用。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.50 g 样品 (7),精确至 0.000 1 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料 (8.1) 置于 250 mL 烧杯中,加少量水润湿摇散,加入 1 g~2 g 氟化氢铵 (5.2),加入 15 mL 盐酸 (5.3),盖上表面皿,低温加热溶解 5 min~10 min,取下稍冷,加入 5 mL 硝酸 (5.4)、3 mL 高氯酸 (5.5),继续加热蒸至湿盐状,取下冷却。加入 5 mL 盐酸 (5.3),用少许水冲洗表面皿及杯壁,低温加热至盐类溶解,取下冷却。将溶液移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,静置澄清或干过滤。

8.4.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处,以水调零,测量试液中银的吸光度,从工作曲线上得到相应银的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 银标准溶液 (5.9),置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸 (5.3),用水稀释至刻度,混匀。

8.5.2 在与测量试液 (8.4.1) 相同条件下,测量系列标准溶液的吸光度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度,以银的质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

9 试验数据处理

银含量以银的质量分数 w_{Ag} 计,数值以 g/t 表示,按公式 (1) 计算:

$$w_{\text{Ag}} = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ ——自工作曲线上查得的银的质量浓度,单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 ——自工作曲线上查得的空白试液中银的质量浓度,单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);
- V ——试液总体积,单位为毫升 (mL);
- m ——试料的质量,单位为克 (g)。

计算结果表示至小数点后一位。

10 精密度

10.1 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，在表 1 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 1 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录 A。

表 1 重复性限

$w_{Ag}/(g/t)$	12.9	47.1	96.6	149.1
$r/(g/t)$	1.5	3.0	6.0	10.0

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）的情况不超过 5%，再现性限（ R ）按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

$w_{Ag}/(g/t)$	12.9	47.1	96.6	149.1
$R/(g/t)$	2.5	5.6	10.0	14.0

11 试验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

- 样品；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A
(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据是在 2020 年由 16 个实验室对 4 个银含量不同的水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的银含量在重复性条件下独立测定 7~11 次。测量的原始数据见表 A.1。

表 A.1 银的精密度试验原始数据

实验室	次数 水平数	$w_{\text{Ag}}/(\text{g/t})$										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	12.7	12.6	13.8	13.4	13.7	13.5	13.2	12.9	13.2	13.2	12.4
	2	46.0	45.3	45.7	45.4	46.1	45.5	44.3	45.8	47.2	46.7	47.4
	3	96.6	95.5	94.5	94.8	95.7	95.0	95.6	96.6	97.6	98.0	95.8
	4	148.6	150.1	148.9	147.2	148.5	148.6	146.2	148.0	148.2	151.3	147.3
2	1	12.5	13.8	12.6	13.2	13.5	14.1	13.3	13.6	12.8	13.1	13.9
	2	47.5	47.8	47.8	45.9	46.5	46.4	45.2	48.2	48.0	49.0	45.3
	3	95.8	95.3	97.4	95.4	96.9	96.6	97.5	96.6	95.7	95.2	98.8
	4	150.5	147.3	150.1	147.1	149.4	151.2	148.6	148.4	151.1	149.9	151.0
3	1	12.8	11.2	11.4	12.3	11.6	12.3	13.8	11.6	12.0	12.9	12.5
	2	44.7	44.9	45.8	46.6	45.7	44.1	45.5	45.5	48.6	42.9	44.2
	3	95.7*	95.8*	95.9*	91.6*	93.2*	96.0*	94.6*	91.4*	93.7*	93.8*	94.9*
	4	148.2	145.9	142.2	143.5	144.8	147.7	145.8	146.0	148.5	148.8	142.5
4	1	13.6	13.8	13.9	13.6	13.6	13.2	13.9	12.9	13.6	13.7	14.1
	2	47.4	46.6	46.3	47.4	47.1	46.6	47.2	46.5	46.1	47.1	47.4
	3	95.8	96.1	95.3	95.0	96.6	95.3	96.1	94.0	95.8	94.3	93.2
	4	146.1	150.5	152.5	149.8	149.5	147.9	150.3	148.7	151.4	152.4	149.2
5	1	12.4	13.6	11.8	12.0	12.2	12.0	12.6	-	-	-	-
	2	45.8	47.5	47.2	45.3	47.2	47.1	46.8	-	-	-	-
	3	98.3	97.2	92.0*	96.6	95.6	97.6	97.8	-	-	-	-
	4	148.4	151.1	150.6	146.5	149.0	147.7	144.9	-	-	-	-
6	1	12.6	12.8	12.3	13.4	12.7	13.5	12.5	13.1	12.5	13.3	13.2
	2	46.7	45.6	47.3	45.8	47.1	45.4	46.9	45.3	44.5	46.8	47.6
	3	98.3	96.4	97.7	99.1	96.9	95.4	98.5	96.2	97.8	97.2	96.5
	4	146.2	145.2	147.5	146.7	145.8	146.9	145.4	147.8	147.4	148.9	146.2
7	1	14.7	13.9	13.4	13.7	14.2	13.7	13.9	-	-	-	-
	2	50.0	50.0	49.8	49.9	50.4	50.2	48.5**	-	-	-	-
	3	97.7	96.1	97.1	98.0	96.8	97.1	97.0	-	-	-	-
	4	148.5	156.7	148.8	149.9	151.6	150.6	152.4	-	-	-	-
8	1	12.8	12.0	12.4	13.1	12.1	12.4	12.5	13.1	13.4	12.2	12.7
	2	45.8	45.4	46.8	45.8	46.1	47.0	47.3	47.3	47.4	45.6	45.9
	3	97.2	94.1	97.5	96.2	95.8	95.8	95.7	97.6	97.3	96.9	96.8
	4	149.0	147.8	148.8	148.6	148.6	150.0	149.5	150.0	150.4	150.5	150.0
9	1	12.3	13.5	13.3	12.7	12.8	13.7	13.6	13.3	12.4	12.3	13.2
	2	48.0	48.2	47.2	46.5	47.0	48.8	46.3	46.5	47.9	46.9	47.7
	3	97.1	96.5	96.8	97.4	97.2	96.7	96.3	97.2	97.7	97.2	96.0
	4	149.1	150.1	146.4	149.7	151.0	150.9	148.4	146.6	151.5	150.6	147.1

表 A.1 银的精密度试验原始数据 (续)

实验室	次数 水平数	$w_{Ag}/(g/t)$										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
10	1	13.4	13.2	12.5	13.1	13.4	12.8	12.9	14.9	14.3	14.2	13.6
	2	50.6	48.9	52.5	50.1	51.4	51.8	49.2	50.8	49.6	52.1	51.6
	3	106.2**	104.6**	104.0**	101.6**	102.8**	100.7**	99.8**	101.3**	99.7**	99.5**	105.7**
	4	151.5	154.3	155.5	149.5	152.0	148.5	147.9	150.3	149.1	151.6	147.2
11	1	12.1	13.2	12.9	13.2	13.2	13.0	12.5	12.7	12.5	12.1	12.6
	2	50.3	50.0	50.8	49.9	50.7	50.4	48.6	47.9	48.4	48.5	48.1
	3	100.7	99.1	101.1	102.0	99.3	100.6	98.7	98.1	97.9	96.4	96.2
	4	151.9	150.7	152.0	153.4	154.9	151.7	151.4	150.0	150.3	149.6	146.7
12	1	13.0	12.9	12.5	12.9	13.1	13.0	13.3	13.6	12.8	-	-
	2	48.7	48.4	46.5	48.0	48.6	47.6	48.5	48.7	47.8	-	-
	3	96.6	95.0	96.9	96.9	95.5	97.3	97.1	98.7	95.9	-	-
	4	149.2	147.4	148.1	147.3	147.1	146.3	147.7	145.8	149.0	-	-
13	1	13.5	13.0	14.0	13.9	13.1	13.6	13.5	13.8	13.5	13.0	13.4
	2	47.3	45.8	46.5	47.0	46.7	48.3	45.9	46.6	47.3	46.4	47.1
	3	98.0	98.4	97.2	96.9	97.6	97.0	96.2	97.8	97.4	96.5	97.7
	4	151.2	150.3	149.1	151.5	152.8	151.6	152.9	151.5	152.8	150.6	150.9
14	1	12.0	11.5	12.7	12.5	11.8	12.8	12.9	12.9	12.1	12.1	12.4
	2	44.8	45.6	43.5	44.7	45.2	44.3	45.3	43.9	45.0	45.2	44.6
	3	96.9	95.5	96.7	97.3	95.8	95.5	96.3	97.2	95.9	97.1	96.9
	4	149.8	146.9	148.9	146.0	147.1	148.3	147.3	149.0	148.4	147.6	146.3
15	1	12.4	12.7	12.7	12.7	12.8	13.3	13.4	13.6	13.7	13.7	13.8
	2	43.2**	43.6**	45.0**	45.8**	45.9**	46.0**	47.2**	47.5**	48.2**	48.8**	49.6**
	3	95.3	95.4	95.8	96.7	96.7	97.0	97.2	97.5	97.5	98.3	100.6
	4	143.4	143.6	143.8	146.6	146.6	147.5	148.0	148.6	149.9	150.2	150.3
16	1	11.2*	11.0*	11.1*	11.2*	11.2*	11.0*	11.0*	11.3*	11.2*	11.1*	11.0*
	2	46.8	46.6	46.7	46.7	46.9	46.7	46.9	46.7	46.7	46.8	46.7
	3	96.4	97.0	96.2	95.9	97.0	97.3	96.5	96.7	96.6	96.7	96.7
	4	151.3	152.0	151.4	151.8	152.1	151.8	151.4	152.0	151.7	151.9	151.7

注：标注*为经实验室内或实验室间检验为歧离值的数据，标注**为经实验室内或实验室间检验为离群值的数据。