|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 73.060.01 |
| CCS | |  | | --- | | **T/HNNMIA** |   B0922 |

团体标准

银矿石

银含量的测定

王水介质火焰原子吸收光谱法

Silver ore—

Determination of silver content—

Aqua regia medium flame atomic absorption spectrometry

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

河南省有色金属行业协会  发布

T/HNNMIA XXXX—2024

1. 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。

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。

本文件由河南省核技术应用中心提出。

本文件由河南省有色金属行业协会归口。

本文件起草单位：河南省核技术应用中心、河南省地质研究院、河南省第一地质大队有限公司、河南省第二地质大队有限公司、河南省第三地质大队有限公司、河南省第六地质大队有限公司、河南省国土空间调查规划院、河南省第一地质矿产调查院有限公司、河南省地质局地质灾害防治中心。

本文件主要起草人：金艳妮、王书勤、邓太秀、袁广胜、孙延龙、祝也丽、肖剑、张宏伟、何新航、梁倩、陈俊魁。

银矿石

银含量的测定

王水介质火焰原子吸收光谱法

* 1. 范围

本文件描述了王水介质火焰原子吸收光谱法测定银矿石中银含量的方法。

本文件适用于银矿石样品中银含量的测定。测定范围 Ag（质量分数）：5.00 g/t ～ 2500 g/t；方法检出限Ag：1.25 g/t。

* 1. 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 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 原理

试样经盐酸和硝酸溶解后，在20%王水溶液介质中，用空气-乙炔火焰原子吸收分光光谱法测定银的吸光度，计算其银含量。

* 1. 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

王水溶液：取4份盐酸（5.1）与1份硝酸（5.2）混合。

银标准储备溶液（1 mg/mL）：

建议使用有证书的标准物质溶液或实验室自备标准溶液。

银标准工作溶液（50 μg/mL）：

移取5.00 mL银标准储备溶液（5.4）于100 mL容量瓶中，加入硝酸（5.2）4 mL，用水稀释至刻度，摇匀。

* 1. 仪器设备

原子吸收分光光度计：工作条件参数见附录A。

银空心阴极灯。

烘箱：250 ℃± 5 ℃。

恒温电热板：300 ℃±2 ℃。

分析天平：感量0.1 mg。

* 1. 样品

按GB/T 14505中规定，制取样品，粒度小于74 µm。

样品在110 ℃±5 ℃烘箱中干燥2 h，置于干燥器中冷却至室温。

* 1. 试验步骤
     1. 试料

称取 0.3 g—0.5 g样品，精确至0.0001g。

* + 1. 测定次数

平行地做两份试验，取其平均值。

* + 1. 空白试验

随同试料做空白试验。

* + 1. 测定

溶样

将试料（8.1）于100 mL烧杯中，用少量水润湿，加入15 mL盐酸（5.1），溶解30 min，加入5 mL硝酸（5.2）盖上表面皿，于电热板（6.4）上在190 ℃±5 ℃溶解并蒸发至尽干后，取下冷却，用少量水冲洗表面皿和烧杯壁，加入20 mL王水溶液（5.3），继续在电热板上加热至盐类溶解，取下冷却后移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀静置，取上层清液待测。

校准系列溶液的配制

分别移取银标准工作溶液（5.5） 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL于50 mL容量瓶中，各加入10 mL王水溶液(5.3)、用水稀释至刻度，摇匀备用。

按照附录A设定的仪器工作条件，测定标准系列溶液的吸光值，以吸光值为纵坐标，银的浓度为横坐标绘制标准曲线。

按照附录A设定的仪器工作条件，测定试样溶液、空白溶液的吸光值，从标准曲线上查得样品中银的浓度。

* 1. 试验数据处理

银的含量以银的质量分数ωAg计，单位为克/吨（g/t），按公式（1）计算。

()

式中：

ωAg ──试料中银的含量，g/t；

*c*  ──从校准曲线上查得样品中银的浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*c0* ──从校准曲线上查得的空白溶液中银的浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*v* ──被测溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*m* ──被测溶液相当的试料量，单位为克（g）；

计算结果表示为： X.XX g/t、XX.X g/t、XXX g/t、XXXX g/t。

* 1. 精密度

精密度数据由8个实验室的操作人员对7个水平的银矿石样品进行共同试验，每个实验室对每个水平的样品独立测定3次。试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析，结果见表1。

在重复性条件下，获得的两次独立结果差值的绝对值不大于重复性限（*r*），出现大于重复性限（*r*）的概率不大于5%。

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果差值的绝对值不大于再现性限（*R*），出现大于再现性限（*R*）的概率不大于5%。

1. 精密度

单位： g/t

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 水平范围 *m* | 重复性限 *r* | 再现性限 *R* |
| Ag | 18.5～1024 | *r* =0.0155*m*+3.1654 | *R* =0.0239*m*+3.1603 |

* 1. 试验报告

试验报告应包括下列内容：

——识别样品、实验室和试验日期所需的相关资料；

——引用标准；

——结果与其表示；

——测定中发现的异常现象；

——在测定过程中注意到的任何特性和本标准中没有规定的可能对试样和认证标准物质的结果产生影响的任何操作。

2. （资料性）  
   原子吸收分光光度计参考工作条件

原子吸收分光光度计参考工作条件见A.1。

表A.1 原子吸收分光光度计参考工作条件

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Ag | 光源 | 空心阴极灯 |
| 波长/nm | 328.1 | 狭缝 | 0.7H |
| 乙炔流量(L/min) | 0.80 | 空气气流量(L/min) | 10 |
| 火焰类型 | 空气-乙炔，氧化型 | 灯电流/mA | 5 |
| 燃烧头高度/mm | 8 | 测量方法 | 校准曲线 |

