

# 硫化镍矿化验标准物质的研制与定值方法探讨

魏延林 张 瑛 宋 翔

青海金川矿业有限责任公司 青海 格尔木 816000

**摘要:** 本文探讨了硫化镍矿化验标准物质的研制与定值方法。通过科学选择与采集候选物、优化制备工艺、实施严格质量控制,成功研制出代表性强的标准物质。定值方法结合经典化学分析与现代仪器分析,通过多实验室联合定值确保结果权威性。同时,对标准物质的均匀性、稳定性及不确定度进行系统评估,为硫化镍矿的准确化验提供了可靠依据,对提升矿产资源检测水平具有重要意义。

**关键词:** 硫化镍矿; 化验标准物质; 研制; 定值方法

**引言:** 硫化镍矿作为重要的金属矿产资源,其准确化验对于资源评估、开采利用及环境保护至关重要。然而,当前硫化镍矿化验标准物质存在覆盖不足、代表性不强等问题,制约了化验结果的准确性和可比性。因此,本文旨在探讨硫化镍矿化验标准物质的研制与定值方法,通过科学的方法和严格的质量控制,研制出高质量的标准物质,为硫化镍矿的准确化验提供有力支撑。

## 1 硫化镍矿化验标准物质的研制

### 1.1 标准物质候选物的选择与采集

(1) 候选物选择原则,结合硫化镍矿矿床类型、品位分布,覆盖边界品位至工业品位及精矿范围,参考现有标准物质研制经验,选取剪代表性强、组分稳定的矿石作为候选物,兼顾不同矿床成因类型,确保标准物质能适配各类硫化镍矿化验需求,填补现有标准物质覆盖空白。(2) 采样方案设计,参考典型硫化镍矿产地采样经验,确定主要采样地点为核心矿区,采用刻槽法等规范采样方法,按比例布设采样点,采样数量满足统计代表性要求,每批采样不少于30份,确保样品能真实反映区域矿石组分特征,避免采样偏差。(3) 采样质量控制,采样过程中避免样品接触油污、杂质,防止氧化,采样后立即密封包装,标注采样信息,及时送至实验室处理与保存,全程避免样品受潮、污染,保障样品原始特性不受破坏。

### 1.2 候选物的制备工艺

(1) 样品预处理,将采集的样品自然晾干,去除肉眼可见杂质,进行初步破碎至合适粒度,通过快速初测筛查不合格样品,彻底去除水分与杂质,为后续制备奠定基础。(2) 粉碎与混匀,采用高铝瓷球磨机等无污染设备,严格控制粉碎时间与转速,粉碎后进行多次混匀处理,确保样品粒度均匀,其中小于0.074mm颗粒占比达标,满足标准物质粒度要求。(3) 分装与保存,针对硫

化物易氧化的特点,采用充氩气密封包装,配合低温环境保存,确定最小包装单元,明确保存温度、湿度等条件,防止样品氧化变质,保障长期稳定性<sup>[1]</sup>。

### 1.3 研制过程中的质量控制

(1) 预处理阶段质量控制,严格控制烘干温度与时间,避免高温导致组分变化,确保样品去水灭活效果,每批样品同步做空白对照,排查处理过程中的误差。(2) 制备过程污染防控,对设备进行提前清洗、灭活处理,实验室保持洁净环境,避免设备残留、环境粉尘对样品造成污染,全程做好环境与设备的清洁记录。(3) 制备工艺参数优化,通过多组对比试验,确定最佳粉碎时间、混匀方式及次数等参数,确保制备工艺稳定,提升样品均匀性与一致性。

### 1.4 研制样品的初步表征

(1) 粒度分析,采用筛分法或激光粒度分析法检测样品粒度分布,核查小于0.074mm颗粒占比,确认符合标准物质粒度要求,记录粒度分布数据。(2) 主要组分初步检测,采用X射线荧光光谱等快速检测方法,测定镍、硫等主要组分含量范围,排查异常样品,确保组分分布合理。(3) 外观与物理特性表征,观察样品外观色泽、均匀度,检测含水率、松散度等物理指标,确认样品无结块、无明显杂质,物理特性符合标准物质要求。

## 2 硫化镍矿化验标准物质的定值方法研究

### 2.1 定值方法的筛选原则与依据

(1) 筛选原则,兼顾准确性、稳定性、适用性,结合主量与微量组分特点选择方法。硫化镍矿主量组分为镍、硫,含量相对较高,微量组分为铜、钴等杂质元素,含量较低且检测难度大,筛选时需确保方法能适配不同组分的检测需求,既规避基体干扰、保证检测精度,又兼顾操作可行性,适配实验室常规检测条件,同时确保方法长期应用的稳定性,避免因环境、试剂变化导致检

测结果偏差。(2) 依据标准, 参考国家计量技术规范、行业标准及相关文献要求。严格遵循标准物质定值的溯源性核心原则, 以国家计量技术规范为根本依据, 结合硫化镍矿检测行业现行标准, 借鉴国内外相关权威文献中成熟的定值技术与经验, 确保所选方法符合计量认证要求, 检测结果可追溯、可对比, 为定值工作的科学性、权威性提供支撑<sup>[2]</sup>。(3) 方法对比筛选, 对不同原理的定值方法进行初步对比, 确定候选定值方法。选取经典化学分析法与现代仪器分析法两大类, 重点对比不同方法的检测精度、抗干扰能力、操作复杂度及检测成本, 剔除检测误差大、操作繁琐且适用性差的方法, 最终确定3-4种适配性强的候选定值方法, 为后续优化与验证工作奠定坚实基础。

## 2.2 主要定值方法的优化与验证

(1) 经典化学定值方法, 包括重量法、容量法, 优化反应条件、试剂用量等参数。针对硫化镍矿组分特性, 重点优化反应温度、反应时间、试剂浓度及用量等关键参数, 减少基体干扰与试剂误差, 提升方法准确性。其中重量法主要用于硫元素定值, 优化沉淀条件确保沉淀完全; 容量法用于镍元素主量测定, 优化滴定终点判断方式, 确保检测结果稳定可靠, 适配主量组分的高精度定值需求。(2) 仪器分析定值方法, 包括电感耦合等离子体发射光谱法、X射线荧光光谱法等, 优化仪器工作参数。针对电感耦合等离子体发射光谱法, 优化射频功率、雾化压力、观测高度等参数, 降低背景干扰; 针对X射线荧光光谱法, 优化激发电压、测量时间等参数, 提高检测灵敏度与精密度, 适配主量组分与微量组分的同步快速测定, 满足不同含量组分的检测需求。(3) 方法验证, 通过空白试验、回收率试验、平行试验验证方法的准确性与精密度。空白试验用于排查试剂、环境及仪器带来的系统误差, 确保试验空白值符合要求; 回收率试验验证方法准确性, 控制回收率在95%-105%范围内; 平行试验每组不少于6次, 验证方法精密度, 确保相对标准偏差(RSD)控制在3%以内, 全面验证所选方法的可靠性与适用性。

## 2.3 多实验室联合定值方案

(1) 参与实验室筛选, 选择具备资质、检测能力强的多家实验室参与联合定值。优先筛选具备计量认证资质、拥有硫化镍矿检测丰富经验、检测设备先进且检测能力强的实验室, 数量控制在5-8家, 兼顾不同区域、不同检测设备类型的实验室, 避免系统偏差, 确保定值结果的客观性、代表性与权威性。(2) 定值过程控制, 统一样品分发、检测标准与操作规范, 确保定值一致性。向

各参与实验室统一样品分发规格与数量, 明确检测标准、操作流程及质量控制要求, 统一提供标准试剂与参考物质, 要求各实验室严格按照优化后的定值方法操作, 详细记录检测全过程, 确保各实验室定值条件一致, 最大限度降低操作差异带来的定值偏差<sup>[3]</sup>。(3) 数据汇总与初步处理, 收集各实验室检测数据, 剔除异常值。全面收集各参与实验室提交的检测数据, 对数据进行整理梳理, 采用格拉布斯准则剔除异常值, 避免异常数据对定值结果造成影响, 对筛选后的有效数据进行初步统计, 为后续定值方法对比分析提供可靠的数据支撑。

## 2.4 定值方法的对比分析

(1) 不同定值方法的检测结果对比, 分析方法间差异来源。将经典化学定值方法与仪器分析定值方法的检测数据进行系统比对, 重点分析方法间差异来源, 主要包括基体干扰程度、仪器精度差异、操作流程误差等, 明确不同方法的检测偏差范围, 为方法优化与选择提供依据。(2) 方法适用性分析, 明确不同定值方法针对不同组分、不同含量样品的适用性。结合检测数据与实际应用场景, 明确经典化学方法适用于镍、硫等主量组分的高精度定值, 操作虽繁琐但稳定性强; 仪器分析方法适用于主量组分与铜、钴等微量组分的快速同步测定, 效率高且适配低含量组分检测, 但对仪器精度要求较高, 为不同检测需求提供精准适配方案。(3) 最优定值方法确定, 结合准确性、效率、成本等因素选择最优组合定值方案。综合考量各定值方法的检测准确性、操作效率、检测成本及实验室适配性, 最终确定“经典化学方法+仪器分析方法”的组合定值方案, 主量组分采用两种方法交叉验证, 微量组分采用优化后的仪器分析方法, 既保证定值结果的准确性与可靠性, 又兼顾检测效率与成本控制, 满足硫化镍矿化验标准物质的定值要求<sup>[4]</sup>。

## 3 硫化镍矿化验标准物质的均匀性、稳定性及不确定度评定

### 3.1 均匀性评估

(1) 评估方案设计, 从制备完成的标准物质中随机抽取不少于30份子样, 覆盖不同包装单元及存放位置, 采用双份平行测定方式, 选取镍、硫主量组分及铜、钴微量组分作为代表性检测指标, 确保评估结果能全面反映样品均匀性。(2) 检测方法与数据处理, 采用优化后的X射线荧光光谱法(XRF)、电感耦合等离子体发射光谱法(ICP-OES)进行检测, 其中XRF用于主量组分快速测定, ICP-OES用于微量组分精准测定; 通过方差检验法分析检测数据, 计算组内方差与组间方差, 判断样品均匀性差异。(3) 均匀性判定标准与结果, 依据国家计

量技术规范中标准物质均匀性判定要求,若组间方差与组内方差无显著差异,判定样品均匀性合格;同时结合检测数据,确定标准物质最小取样量,确保后续检测过程中取样代表性,避免取样量不足导致的检测误差。

### 3.2 稳定性评估

(1) 评估方案设计,设定两种典型保存条件(低温密封充氩气、常温密封),分别跟踪不同时间节点样品特性,选取镍、硫等主要组分作为检测指标,每个时间节点抽取不少于6份样品进行平行检测,确保评估数据具有统计代表性。(2) 短期与长期稳定性检测,短期稳定性检测周期设定为0、1、3、7、15、30天,重点考察样品在运输、短期存放过程中的稳定性;长期稳定性跟踪周期设定为3、6、12、24个月,持续监测样品长期存放后的组分变化,全程记录保存环境参数。(3) 稳定性数据处理与判定,采用线性拟合等统计方法,对不同时间节点的检测数据进行拟合分析,计算斜率及相关系数,若斜率无显著差异且相关系数接近1,判定样品稳定性合格;结合拟合结果,确定标准物质的有效保存期,明确保存条件要求<sup>[5]</sup>。

### 3.3 定值不确定度评定

(1) 不确定度来源分析,全面梳理定值过程中各类误差来源,主要包括测量方法误差(反应不完全、基体干扰)、仪器误差(仪器精度、校准偏差)、环境误差(温度、湿度波动)、数据处理误差(异常值剔除、统计计算偏差)及样品均匀性、稳定性带来的不确定度,确保无遗漏关键误差来源。(2) 不确定度分量计算,采用贝塞尔公式、极差法等相关公式,分别计算各不确定度分量的标准偏差;结合多实验室联合定值数据,估算重复性、再现性带来的不确定度分量,通过方差合成公式计算合成不确定度,明确各分量对合成不确定度的贡献占比。(3) 扩展不确定度确定与表示,依据计量规范要求,选取95%置信水平,确定包含因子,将合成不确定度乘以包含因子得到扩展不确定度;规范表示标准物质各组分特性值与对应的扩展不确定度,标注不确定度来源及计算方法,确保定值结果的科学性与规范性。

### 3.4 标准物质的合格性判定

(1) 判定依据,严格参考国家一级标准物质研制规范、硫化镍矿检测行业标准及计量认证相关技术要求,明确均匀性、稳定性、定值结果及不确定度的合格判定阈值,确保判定过程有章可循、结果具有权威性。(2) 综合判定,结合均匀性评估结果(无显著组间差异)、稳定性评估结果(有效保存期内组分无明显变化)、定值结果(符合预期含量范围)及不确定度(在允许范围内),进行综合分析,判定标准物质是否符合合格要求。(3) 不合格情况的处理措施,针对均匀性不合格,重新优化混匀工艺,再次进行均匀性检测;针对稳定性不合格,调整保存条件或包装方式,延长跟踪周期重新评估;针对定值不确定度超标,优化定值方法、增加检测次数,整改后重新进行全流程评定,直至符合合格要求。

### 结束语

本文通过系统研究硫化镍矿化验标准物质的研制与定值方法,成功解决了当前标准物质覆盖不足、代表性不强的问题。通过科学选择与采集候选物、优化制备工艺、实施严格质量控制及多实验室联合定值,确保了标准物质的质量和定值结果的权威性。同时,对标准物质的均匀性、稳定性及不确定度进行了全面评估,为硫化镍矿的准确化验提供了科学依据,对推动矿产资源检测技术的发展具有积极意义。

### 参考文献

- [1]冯艳,宋振国,陈康康,等.某硫化铜镍矿石浮选指标优化试验研究[J].现代矿业,2023,39(1):183-186.
- [2]谢杰,胡春梅.国内外硫化铜镍矿选矿现状及未来发展方向[J].矿产保护与利用,2021,11(5):143-150.
- [3]罗仙平,冯博,周贺鹏,等.铜镍硫化矿选矿技术进展[J].有色金属(选矿部分),2023,8(S1):14-31.
- [4]刘超,陈志强,胡红喜,等.国外某低品位难选硫化铜镍矿选矿工艺研究[J].矿冶工程,2023,43(6):70-73.
- [5]地拉热木·牙合甫.铜镍矿选矿过程中的尾矿综合利用研究[J].建筑技术科学,2025,17(6):94-97.