

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 248.6—2007
代替 YS/T 248.7—1994
YS/T 248.8—1994

粗铅化学分析方法 金量和银量的测定 火试金法

Methods for chemical analysis of crude lead—
Determination of gold and silver content—Fire-assaying method

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布



前 言

YS/T 248《粗铅化学分析方法》共分为 10 个部分：

YS/T 248.1	粗铅化学分析方法	铅量的测定	Na ₂ EDTA 滴定法
YS/T 248.2	粗铅化学分析方法	锡量的测定	苯基荧光酮分光光度法和碘酸钾滴定法
YS/T 248.3	粗铅化学分析方法	铈量的测定	火焰原子吸收光谱法
YS/T 248.4	粗铅化学分析方法	砷量的测定	砷铈钼蓝分光光度法和萃取-碘滴定法
YS/T 248.5	粗铅化学分析方法	铜量的测定	火焰原子吸收光谱法
YS/T 248.6	粗铅化学分析方法	金量和银量的测定	火试金法
YS/T 248.7	粗铅化学分析方法	银量的测定	火焰原子吸收光谱法
YS/T 248.8	粗铅化学分析方法	锌量的测定	火焰原子吸收光谱法
YS/T 248.9	粗铅化学分析方法	铋量的测定	火焰原子吸收光谱法
YS/T 248.10	粗铅化学分析方法	铁量的测定	火焰原子吸收光谱法

本部分为第 6 部分。

本部分代替 YS/T 248.7—1994《粗铅化学分析方法 火法试金-重量法测定金量和硫氰酸钾容量法测定银量》和 YS/T 248.8—1994《粗铅化学分析方法 原子吸收分光光度法测定金量》。与 YS/T 248.7—1994 和 YS/T 248.8—1994 相比,本部分主要有如下变动:

——银的分析由容量法修改为重量法,测定范围由 Au:2 g/t~60 g/t、Ag:500 g/t~5 000 g/t 修改为 Au:1 g/t~100 g/t、Ag:>500 g/t~11 000 g/t;

——补充了精密度与质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由株洲冶炼集团有限责任公司负责起草。

本部分由大冶有色金属集团有限公司起草。

本部分由白银有色金属集团有限责任公司、株洲冶炼集团有限责任公司参加起草。

本部分主要起草人:王文彬、刘振东、胡军凯。

本部分主要验证人:韦文辉、吴岗、熊方祥。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——YB 739—1970、GB/T 5119.7—1985、YS/T 248.7—1994、GB/T 5119.8—1985、YS/T 248.8—1994。

粗铅化学分析方法

金量和银量的测定 火试金法

1 范围

本部分规定了粗铅中金、银含量的测定方法。

本部分适用于粗铅中金、银含量的测定。测定范围：Au：1 g/t～100 g/t、Ag：>500 g/t～11 000 g/t。

2 方法原理

试样经配料、高温熔融，金、银与铅形成合金，利用其比重悬殊与熔渣分离，将铅扣灰吹得金、银合粒，用硝酸分金，用重量法测定金量与银量。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 碳酸钠(工业纯)，粉状。

3.1.2 氧化铅(工业纯)，粉状，(金的质量分数 ≤ 0.05 g/t；银的质量分数 ≤ 0.5 g/t)。

3.1.3 硼砂(工业纯)，粉状。

3.1.4 二氧化硅(工业纯)，粉状。

3.1.5 淀粉(工业纯)。

3.1.6 氯化钠，粉状。

3.1.7 硝酸($\rho 1.42$ g/mL)，优级纯。

3.2 溶液

3.2.1 硝酸(1+1)。

3.2.2 硝酸(1+7)。

3.2.3 乙酸(1+3)。

4 仪器、设备

4.1 天平

4.1.1 上皿天平：最小分度为1 g。

4.1.2 分析天平：最小分度为0.001 g。

4.1.3 微量天平：最小分度为0.01 mg。

4.1.4 超微量天平：最小分度为0.001 mg。

4.2 试金电炉：最高加热温度1 350℃。

4.3 耐火粘土坩埚。

4.4 烘箱。

4.5 灰皿。

4.6 试样粉碎机。

5 试样

将试样加工成最大边长不超过3 mm的样屑，用450 μ m筛过筛，样品分筛上、筛下分别装袋。加工

时应防止过热氧化。

6 分析步骤

6.1 试料

用四分法按筛上、筛下比例称取 5.0 g~20.0 g 试样,精确至 0.001 g。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。平行测定三次,取其平均值。

6.3 测定

6.3.1 配料

根据试料的化学组分及试料量,按下列原则于粘土坩埚中配料并搅匀,覆盖约 5 mm 厚氯化钠(3.1.6)。

碳酸钠(3.1.1):30 g;

氧化铅(3.1.2):120 g;

二氧化硅(3.1.4):10 g~15 g(按 0.75~1.25 硅酸度的渣型计算加入量);

淀粉(3.1.5):2 g。

6.3.2 熔融

将配好料的坩埚置于 900℃ 的试金电炉中,在 40 min 内升温至 1 100℃,保温 15 min 后出炉,将坩埚内熔融物倒入已预热过的铸铁模中,保留坩埚以备再熔融处理。冷却后,铅扣和熔渣分离,保留熔渣,以备再处理,将铅扣锤成立方体,适宜的铅扣应表面光亮、质量为 25 g~35 g。否则,应重新调整配料、熔融。

6.3.3 灰吹

将铅扣放入已在 900℃ 预热 30 min~40 min 的灰皿中,置于试金炉中,关闭炉门 1 min~2 min,待铅液表面黑色膜脱去,稍开炉门,使炉温快速降至 850℃ 进行灰吹(以不冻死灰皿为宜)。当合粒出现闪光后,将灰皿移至炉门口稍冷后放入灰皿盘中保留灰皿残渣以备处理。

6.3.4 称取金银合粒质量

将合粒放入 30 mL 瓷坩埚中,加入 30 mL 乙酸溶液(3.2.3),煮沸,并蒸至约 10 mL,取下,冷却,倾出液体,用水洗净合粒,置于电炉上烤干,取下,冷却至室温,称取合粒的质量(精确至 0.001 mg)。

6.3.5 分金

将锤扁的合粒置入原瓷坩埚中加 15 mL 硝酸(3.2.2),放在低温电热板上,保持近沸,蒸至 5 mL,取下稍冷,倾出硝酸银溶液,再加入 10 mL 硝酸(3.2.1),蒸至约 5 mL,取下冷却。用热水洗涤坩埚壁,将液体倾出,用热水洗涤金粒三次。

6.3.6 金量的测定

将盛有金粒的瓷坩埚置于电炉上烘烤 5 min,取下,冷却至室温,称取金粒的质量(精确至 0.001 mg)。

6.3.7 二次试金

将坩埚中存放的熔渣和灰皿放入粉碎机中粉碎后置于原粘土坩埚中,加入 30 g 碳酸钠(3.1.1),20 g 二氧化硅(3.1.4),15 g 硼砂(3.1.3),4 g 淀粉(3.1.5),搅匀,覆盖约 5 mm 厚氯化钠(3.1.6),以下操作按 6.3.2~6.3.6 进行。

7 分析结果的计算

按式(1)计算金的质量分数 w_{Au} ,数值以(g/t)表示:

$$w_{Au}(\text{g/t}) = \frac{m_1 + m_2 - m_3}{m_0} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——第一次试金金银合粒分金后获得金的质量,单位为毫克(mg);

m_2 ——二次试金回收金的质量,单位为毫克(mg);

m_3 ——空白合粒中金的质量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至一位小数。

按式(2)计算银的质量分数 w_{Ag} ,数值以(g/t)表示:

$$w_{Ag}(\text{g/t}) = \frac{m_4 + m_5 - m_6}{m_0} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_4 ——第一次试金合粒中银的质量,单位为毫克(mg);

m_5 ——二次试金合粒中银的质量,单位为毫克(mg);

m_6 ——空白合粒中银的质量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果保留至整数位。

8 精密度

8.1 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1、表2数据采用线性内插法求得:

表 1

$w_{Au}/(\text{g/t})$	5.9	17.6	55.1	95.0
$r/(\text{g/t})$	0.7	1.5	2.5	4.0

表 2

$w_{Ag}/(\text{g/t})$	672	4 096	10 528
$r/(\text{g/t})$	35	124	165

注:重复性(r)为 $2.8 S_r$, S_r 为重复性标准差。

8.2 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、表4数据采用线性内插法求得:

表 3

$w_{Au}/(\text{g/t})$	5.9	17.6	55.1	95.0
$r/(\text{g/t})$	0.9	2.0	3.0	6.0

表 4

$w_{Ag}/(\text{g/t})$	672	4 096	10 528
$r/(\text{g/t})$	40	164	200

注:再现性(R)为 $2.8 S_R$, S_R 为再现性标准差。

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国有色金属
行业标准
粗铅化学分析方法
金量和银量的测定 火试金法
YS/T 248.6—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2007年7月第一版 2007年7月第一次印刷

*

书号:155066·2-17947 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



YS/T 248.6—2007