

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 521.2—2009
代替 YS/T 521.3—2006

粗铜化学分析方法 第 2 部分：金和银量的测定 火试金法

Methods for chemical analysis of blister copper—
Part 2: Determination of gold and silver contents—
Fire assay method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 521—2009《粗铜化学分析方法》分为 6 个部分：

——第 1 部分：铜量的测定 碘量法

——第 2 部分：金和银量的测定 火试金法

——第 3 部分：砷量的测定

方法 1 氢化物发生-原子荧光光谱法

方法 2 溴酸钾滴定法

——第 4 部分：铅、铋、锑量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第 5 部分：锌和镍量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第 6 部分：砷、铅、铋、锑、锌和镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为 YS/T 521 的第 2 部分。

本部分代替 YS/T 521.3—2006《粗铜化学分析方法 金和银量的测定》(原 GB/T 5120.3—1995)。与 YS/T 521.3—2006 相比,本部分有如下变动：

——对文本格式进行了修改；

——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。

本部分负责起草单位：大冶有色金属公司。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、江西铜业公司、金川集团公司。

本部分主要起草人：丰从新、王永彬、袁玉霞、陈朝炎、陈尧、王达通、石晶晶、孟德军。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 5120.2—1985、GB/T 5120.3—1995；

——YS/T 521.3—2006。

粗铜化学分析方法

第2部分:金和银量的测定 火试金法

1 范围

YS/T 521 的本部分规定了粗铜中金和银量的测定方法。

本部分适用于粗铜中金和银量的测定。测定范围:金的质量分数 ≥ 0.5 g/t;银的质量分数 ≥ 20 g/t。

2 方法提要

试料用硫酸溶解,过滤除铜后得到的金银沉淀物经灰化、配料、熔融获得适量的铅扣。将铅扣灰吹后用重量法测定金和银量。补正方法采用加纯铜作基体和加纯金、纯银随同试料测定,按其回收率加以补正或灰皿、渣熔融法补正。

3 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。

- 3.1 碳酸钠:工业纯,粉状。
- 3.2 氧化铅:工业纯,粉状(金的质量分数 ≤ 0.05 $\mu\text{g/g}$;银的质量分数 ≤ 5 $\mu\text{g/g}$)。
- 3.3 硼砂:粉状。
- 3.4 淀粉:工业纯,粉状。
- 3.5 二氧化硅:工业纯,粉状。
- 3.6 氯化钠:工业纯,粉状。
- 3.7 金(质量分数 $\geq 99.99\%$)。
- 3.8 银(质量分数 $\geq 99.99\%$)。
- 3.9 铜(质量分数 $\geq 99.95\%$)。
- 3.10 硫酸($\rho 1.84$ g/mL)。
- 3.11 硝酸(1+1)。
- 3.12 硝酸(1+7)。
- 3.13 硫酸汞溶液(23 g/L)。
- 3.14 氯化钠溶液(10 g/L)。
- 3.15 乙酸(1+3)。

4 仪器和设备

- 4.1 天平。
 - 4.1.1 超微量天平:感量 0.001 mg。
 - 4.1.2 微量天平:感量 0.01 mg。
 - 4.1.3 分析天平:感量 1 mg。
 - 4.1.4 托盘天平:感量 1 g。
- 4.2 试金炉。
- 4.3 灰皿机。

4.4 瓷坩埚:低型,30 mL。

4.5 粘土坩埚:高 120 mm,上部外径 90 mm,下部外径 50 mm。

4.6 灰皿:骨灰水泥灰皿或镁砂灰皿。

一般规格:高 30 mm,上部内径 35 mm,下部外径 40 mm,深约 17 mm。

5 分析步骤

5.1 试料

按筛分后的质量比合称 20 g 试样(金的质量分数 <10 g/t 时,合称 40 g 试样),精确到 0.001 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

5.2 空白试验

5.2.1 采用 A 法(即“加纯金纯银补正法”)补正时所用氧化铅和纯铜的空白试验:分别称取纯铜屑三份,每份 20 g,精确至 0.001 g。以下按 5.3.1~5.3.5 款进行。

5.2.2 采用 B 法(即“灰皿和渣熔融补正法”)补正时所用氧化铅的空白试验:称取 25 g 碳酸钠(3.1)、120 g 氧化铅(3.2)、10 g 硼砂(3.3)、25 g 二氧化硅(3.5)、3 g 淀粉(3.4)于粘土坩埚中,搅拌后覆盖约 10 mm 厚的氯化钠(3.6)。以下按 5.3.3~5.3.5 款进行。

5.3 测定

5.3.1 湿法处理

5.3.1.1 将试料(5.1)置于 800 mL 高型烧杯中,根据表 1 所列的试料情况,按顺序分别加入相应的助溶剂和溶剂(每加一种试剂,均需混匀)。

表 1 试料处理表

试料情况		助溶剂加入量/mL		溶剂加入量/mL
		硝酸(3.12)	硫酸汞溶液(3.13)	硫酸(3.10)
$w_{Au} \geq 10$ g/t	易溶	20	—	60~80
	难溶	—	10	60~80
$w_{Au} < 10$ g/t	易溶	30	—	130
	难溶	—	15	130

5.3.1.2 盖上表面皿,在高温电炉盘上蒸至糊状,取下,冷至室温。加入 300 mL 水(金的质量分数小于 10 g/t 的试料,加 500 mL 水)和 20 mL 氯化钠溶液(3.14),加入少量滤纸浆,用水洗涤表面皿和杯壁,煮沸约 5 min。取下摇动烧杯,用温水洗涤表面皿和杯壁,稍冷后用中速定量滤纸过滤。

5.3.1.3 将沉淀物全部转移到滤纸上。用温水将沉淀物洗至无蓝色为止。将擦玻棒和杯壁的滤纸连同载有沉淀的滤纸置于粘土坩埚内,放入试金炉中。从室温升至约 500 °C 进行灰化直至灰化完全为止。

5.3.2 配料

将盛有灰化物的粘土坩埚冷至室温,加入 20 g 碳酸钠(3.1)、60 g 氧化铅(3.2)、7 g 硼砂(3.3)、7 g 二氧化硅(3.5)、3 g 淀粉(3.4)。搅匀,覆盖 10 mm 厚的氯化钠(3.6)。

5.3.3 熔融

将配好料的粘土坩埚置于 800 °C 的试金炉中,在 30 min~40 min 内升温至 1 100 °C,保温 15 min (总计熔融时间为 45 min~55 min)出炉。将熔融物倒入已预热过且涂了油的铸铁模中,冷却后将铅扣捶成方型。将渣收入原粘土坩埚中备用(采用 B 法补正)。

5.3.4 灰吹

5.3.4.1 将铅扣置于已在 900 °C 的试金炉内预热 20 min 的灰皿中,关闭炉门,待铅液表面浮膜消失(脱壳)后稍开炉门,使炉温下降至 840 °C~860 °C 进行灰吹。当合粒出现闪光后灰吹即告结束。将灰皿移至炉门口,稍冷后放入灰皿盘中。

5.3.4.2 用小镊子将金银合粒从灰皿中挟出,置于瓷坩埚中加入 15 mL 乙酸(3.15),在电热板上煮沸至约 5 mL 时取下,用温水洗涤三次,弃去洗液。将保留于瓷坩埚中的金银合粒,置于高温电炉上烤干,取下,冷至室温后称量(精确至 0.01 mg)。保留灰皿备用(采用 B 法补正)。

5.3.5 分金

将称量后的金银合粒置于小钢砧上捶成薄片,放入瓷坩埚中,加入约 5 mL 热硝酸(3.12),置于低温电热板上分金。当蒸至约 2 mL 时,再加入约 5 mL 热硝酸(3.11)。蒸至约 2 mL,取下,冷却,用热水洗涤三次。将盛有金粒的瓷坩埚置于高温电炉盘上烘干并灼烧 5 min,取下,冷至室温,称量(精确至 0.001 mg)。

5.3.6 补正

5.3.6.1 补正方法

A 法:称取与试料量相同的纯铜,加入与试料含量接近的纯金、纯银。以下按 5.3.1~5.3.5 进行。计算纯金、纯银的回收率加以补正。

B 法:将保留的灰皿和渣粉碎后,置于原粘土坩埚中,加入 20 g 碳酸钠(3.1)、30 g 氧化铅(3.2)、20 g 硼砂(3.3)、10 g 二氧化硅(3.5)、4 g 淀粉(3.4),搅匀,覆盖 10 mm 厚的氯化钠(3.6)。以下按 5.3.3~5.3.5 进行。

5.3.6.2 补正范围

当测得金的质量分数 ≥ 3.0 g/t 或银的质量分数 ≥ 50 g/t 时,开始补正。若测得的金的质量分数 ≥ 50 g/t 或银的质量分数 $\geq 1\,000$ g/t 时,采用 B 法补正两次。

6 分析结果的计算

6.1 采用 A 法补正时,按公式(1)、公式(2)计算金和银的质量分数 w_{Au} 、 w_{Ag} ,数值以 g/t 表示:

$$w_{Au} = \frac{m_1 - m_2}{k_1 \cdot m_0} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$w_{Ag} = \frac{m_4 - m_1 - m_3}{k_2 \cdot m_0} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——未补正时测得的金量,单位为毫克(mg);

m_2 ——未补正时配料所用氧化铅中金的空白量,单位为毫克(mg);

m_3 ——未补正时配料所用氧化铅中银的空白量,单位为毫克(mg);

m_4 ——未补正时测得的金银合粒量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

k_1 ——金的回收率(%);

k_2 ——银的回收率(%)。

k_1 、 k_2 分别按式(3)、式(4)计算,数值以%表示:

$$k_1 = \frac{m_7 - m_5}{m_8} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$k_2 = \frac{m_9 - m_7 - m_6}{m_{10}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m_5 ——回收率试验时配料所用氧化铅和纯铜中金的空白量,单位为毫克(mg);

m_6 ——回收率试验时配料所用氧化铅和纯铜中银的空白量,单位为毫克(mg);

m_7 ——回收率试验时测得的金量,单位为毫克(mg);

- m_8 ——回收率试验时加入的金量,单位为毫克(mg);
- m_9 ——回收率试验时测得的金银合粒量,单位为毫克(mg);
- m_{10} ——回收率试验时加入的银量,单位为毫克(mg)。

6.2 采用 B 法补正时,按公式(5)、公式(6)计算金和银的质量分数 w_{Au} 、 w_{Ag} ,数值以 g/t 表示:

$$w_{Au} = \frac{m_1 + m_{11} + m_{12} - m_{13}}{m_0} \times 10^3 \dots\dots\dots(5)$$

$$w_{Ag} = \frac{(m_4 - m_1) + (m_{15} - m_{11}) + (m_{16} - m_{12}) - m_{14}}{m_0} \times 10^3 \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- m_1 ——未补正时测得的金量,单位为毫克(mg);
- m_{11} ——第一次补正时测得的金量,单位为毫克(mg);
- m_{12} ——第二次补正时测得的金量,单位为毫克(mg);
- m_{13} ——未补正和补正时配料所用氧化铅总量中金的空白量,单位为毫克(mg);
- m_4 ——未补正时测得的金银合粒量,单位为毫克(mg);
- m_{15} ——第一次补正时测得的金银合粒量,单位为毫克(mg);
- m_{16} ——第二次补正时测得的金银合粒量,单位为毫克(mg);
- m_{14} ——未补正和补正时配料所用氧化铅总量中银的空白量,单位为毫克(mg);
- m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果金量表示至小数点后一位;银量表示至整数位。

7 精密度

7.1 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求得:

表 2 重复性

金的质量分数/(g/t)	9.2	29.9	59.9	100.2	141.4	190.5	
重复性限(r)/(g/t)	0.8	1.5	2.2	3.0	3.5	4.0	
银的质量分数/(g/t)	18	113	505	1 017	1 962	3 098	4 154
重复性限(r)/(g/t)	6	15	35	50	70	95	115
注:当金的质量分数为 0.5 g/t 时,重复性限(r)取 0.2 g/t。							

7.2 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(R)的情况不超过 5%,再现性(R)按表 3 数据采用线性内插法求得:

表 3 再现性

金的质量分数/(g/t)	9.2	29.9	59.9	100.2	141.4	190.5	
再现性限(R)/(g/t)	1.0	1.8	2.8	3.5	4.2	5.4	
银的质量分数/(g/t)	18	113	505	1 017	1 962	3 098	4 154
再现性限(R)/(g/t)	11	22	40	55	81	114	146
注:当金的质量分数为 0.5 g/t 时,再现性限(R)取 0.3 g/t。							

8 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
粗铜化学分析方法
第 2 部分：金和银量的测定 火试金法
YS/T 521.2—2009

*

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 0.75 字数 11 千字
2010 年 4 月第一版 2010 年 4 月第一次印刷

*

书号：155066·2-20529 定价 16.00 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 521.2—2009

www.bzxz.net

免费标准下载网