ICS 77.120.99

H 68

YS/T ××××—201×

|  |
| --- |
|  |

金锡合金化学分析方法

第1部分：金量的测定

火试金重量法

Method for chemical analysis of gold-tin alloys
Part 1: Determination of gold
Fire assay gravimetric method

（预审稿)

201×－××－×× 发布　　　　　　　　　201×－××－×× 实施

中 华 人 民 共 和 国 工 业 和 信 息 化 部 发布

前言

YS/T XXXX《金锡合金化学分析方法》分为三部分；

——第1部分：金量的测定 火试金重量法；

——第2部分：锡量的测定 氟化物析出EDTA络合滴定法；

——第3部分：铁、铜、银、铅、钯量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本标准为YS/T XXXX《金锡合金化学分析方法》的第1部分。

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本标准负责起草单位：贵研铂业股份有限公司、贵研检测科技（云南）有限公司。

本标准参加起草单位：北京矿冶研究总院、广州有色金属研究院、北京有色金属与稀土应用研究所理化中心、铜陵有色稀贵金属分公司、紫金矿业集团股份有限公司。

本标准主要起草人：曾荷峰 甘健壮 金娅秋 邢银娟 付仕梅 赵文虎 杨辉 王腾 马媛 许昆 朱武勋 XXX XXX ……

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

金锡合金化学分析方法

第1部分：金量的测定

火试金重量法

1. 范围

本标准规定了金锡合金中金量的测量方法。

本标准适用于金锡合金中金含量的测定。测定范围：5 %～85 %。

2 方法提要

 试料与火试金试剂经配料、熔融的同时以铅、银捕集金获得适当质量的含有贵金属金、银的铅扣。通过灰吹使金、银与铅扣分离，得到金银合金颗粒。由金银合金颗粒制成的合金薄片经硝酸分金后，用重量法测定金的含量。

 试料加入适量的银，包于铅箔中，于920℃进行灰吹，使铅及贱金属被氧化与金银分离，得到金银合金颗粒。由金银合金颗粒制成的合金薄片经硝酸分金后，用重量法测定金的含量。

3 试料和材料

 除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和一次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。（空白金量小于0.02 g/t）。

3.3 硼砂： 工业纯，粉状。

3.4 二氧化硅：工业纯，粉状。

3.5 面粉。

3.6 冰乙酸（ρ=1.05 g/ml）。

3.7 硝酸（ρ=1.42 g/ml）。

3.8 纯银（质量分数≥99.99 %）。

3.9 铅粒（质量分数≥99.99 %）。

3.10 覆盖剂（6+2+1）：6份碳酸钠与2份硼砂、1份二氧化硅混合。

3.11 混合剂（10+1）：10份氧化铅与1份面粉混合。

3.12 铅箔（质量分数≥99.99 %）。厚度为0.1 mm,剪成正方形，每张重约5 g。

3.13 纯金标样：金的质量分数≥99.99 %。

3.14 硝酸（1+1）。

3.15 硝酸（2+1）。

3.16 硝酸（3+1）。

3.17 硝酸（1+3）。

3.18 冰乙酸（1+1）.

4 仪器和器具

4.1 箱式高温炉。

4.2 天平：感量0.01 mg。

4.3 碾片机：可碾厚度0.1 mm。

4.4 瓷坩锅：30 mL。

4.5 瓷坩埚：50 ml。

4.6 灰皿：纯骨灰或镁砂制成，直径30 mm，高度23 mm,内径26 mm，凹面深度10 mm。

4.7 分金篮：用0.5 mm～1.0 mm不锈钢片（或用铂金网）制成。

4.8 不锈钢长柄钳子。

5 试样

 试样用丙酮去除油污，加工成碎屑，混匀。

6 分析步骤

6.1 试料

6.1.1 金锡合金中，锡量≤35%的。

6.1.1.1 称取0.30 g试样，精确至0.00001 g。每份试样加入纯银（3.8）使其金银比例为1：2.5，加入10 g铅粒，用铅箔（3.12）包裹成球形。

6.1.2 金锡合金中，锡量＞35%的。

6.1.2.1 称取0.30 g试样，精确至0.00001 g，于瓷坩埚（4.4）中，每份试样加入纯银（3.8）使其金银比例为1：2.5，加入20 g混合剂（3.11）、10 g铅粒（3.9）搅拌均匀，表面盖上约4g覆盖剂（3.10）。置于900℃高温炉内，关闭炉门10 min内升至930℃保持20 min。取出冷却后，去掉熔渣使铅扣与熔渣分离，将铅扣捶成立方体。

6.2 测定次数

6.2.1 独立地进行三次测定，取其平均值。

6.3 灰吹

 灰皿(4.6)在950℃左右预热20 min，将已包好的试料（5.1.1.1）、融炼好的试料（5.1.2.1）以及（5.1.3）和（5.1.4）按顺序用不锈钢长柄钳子（4.8）交叉放入灰皿中，待试料熔铅脱膜全部熔化后，稍开炉门通风，在920℃±10℃（骨灰皿）或960℃±10℃（氧化镁灰皿）进行灰吹。待出现光辉点后关闭炉门切断电源，在炉温降至750℃取出灰皿冷却。

6.4 金银合金颗粒处理

6.4.1 用镊子将金银金银合金颗粒取出，置于30 ml瓷坩埚（4.4）中，加入20 ml冰乙酸（3.18），置于低温电热板上，保持近沸3 min，取下冷却，倾出溶液，用热水洗涤三次，放在电炉上烘干，在650℃～700℃退火5 min。取出冷却碾成0.15 mm±0.2 mm薄片，在650℃～700℃退火3 min，将退火后的金银片卷成圆筒状，放入分金篮中。

6.5 分金

6.5.1 第一次分金。

6.5.1.1 将装有金锡合金试料中金含量≤10%的金银合金卷的分金篮放入已预热至90℃～95℃的硝酸（3.17）中分金，加热30 min，取出分金篮，用热水洗涤3次。

6.5.1.2 将装有金锡合金试料中金含量＞10%的金银合金卷放入已预热至90℃～95℃的硝酸（3.14）中分金，加热30 min，取出分金篮，用热水洗涤3次。

6.5.2 第二次分金

6.5.2.1将清洗好试样（6.5.1.1）的分金篮放入预热至110℃的硝酸（3.14）中加热25 min，取出分金篮，用热水洗涤3次。

6.5.3.2 将清洗好试样（6.5.1.2）的分金篮放入预热至110℃的硝酸（3.15）中加热25 min，倾滗上清液，用热水洗涤3次。

6.5.3 第三次分金

将清洗好试样（6.5.3.2）的分金篮放入预热至110℃的硝酸（3.16）加热25 min，倾滗上清液，用热水洗涤3次。

6.6 灼烧与称重

 将清洗过的金卷放入瓷坩埚（4.5）中，放在电热板上低温干燥，然后在箱式高温炉（4.1）内于800℃灼烧3 min，取出冷却后在天平上称出金卷质量。

7 分析结果的计算

试料金含量以金的质量分数w(Au)计，数值以%表示，按下列步骤计算：

7.1 计算标样金卷分金后增量：

=m3－m4·D …………………………（1）

 式中：

 △m—纯金卷分金后增量，单位为克（g）；

 m3—测得标样金卷质量，单位为克（g）；

m4—称取标样质量，单位为克（g）；

 D—标样金的质量分数，数值以%表示。

7.2 当标样金卷分金后增量极差值不大于0.00010g时，计算两份标样金卷分金后增量平均值：否则应重新进行测定。

7.3 计算试料金的质量分数w(Au)，数值以%表示：

 w(Au) …………………………（2）

 式中：

 标样金卷分金后增量平均值，单位为克（g）；

m1一测得试料金卷质量，单位为克（g）；

m2一称取试料质量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后第二位。

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大于重复性限（r），以大于重复性限（r）的情况不超过5%为前提。重复性限（r）按表1采用线性内插法求得。

表1 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 金的质量分数/% | 10.01 | 50.11 | 80.09 |
| 重复性限(r)/% | 0.036 | 0.034 | 0.046 |

8.2 允许差

 实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表2允许差

|  |  |
| --- | --- |
| 金的质量分数/% | 允许差/% |
|  5.00～15.00 |  0.06 |
| ＞15.00～50.00 |  0.08 |
| ＞50.00～85.00 | 0.10 |

9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

—试样；

—使用的标准（包括发布和出版年号）；

—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；