**XX**

**中 华 人 民 共 和 国 有 色 金 属 协会 标 准**

 XX/X XXX-20XX

|  |
| --- |
|  |

**废电路板化学分析方法**

 **第2部分：金和银量的测定**

 **火试金法**

 Methods for chemical analysis of waste printed circuit board-

 Part 2:Determination of gold and

silver contents-Fire assaying method

 （预审稿）

**XXXX-XX-XX发布 XXXX-XX-XX实施**

**中华人民共和国工业和信息化部 发布**

**前言**

XX/T××××-20XX《废电路板化学分析方法》分为以下2个部分：

——第1部分：铜量的测定 碘量法

——第2部分：金量和银量的测定 火试金法

本部分为XX/T××××-20XX的第2部分。

本部分按照GB/T1.1-2009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）提出并归口。

本标准负责起草单位：江西瑞林稀贵金属科技有限公司

本部分起草单位：江西瑞林稀贵金属科技有限公司

本部分参加起草单位：深圳市格林美股份有限公司、大冶有色金属集团控股有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、北矿检测技术有限公司、金川集团股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、中条山有色金属集团有限公司、桂林矿产地质研究院、福建紫金矿冶测试技术有限公司。

本部分主要起草人：

**废电路板化学分析方法**

**第2部分：金和银量的测定 火试金法**

**1 范围**

本部分规定了废电路板中金和银量的测定方法。

本部分适用于废电路板中金和银量的测定。测定范围：Au: ≥0.5 g/t； Ag: ≥20 g/t。

**2 方法提要**

试料经配料，高温熔融，融熔态的金属铅捕集试料中的贵金属形成铅扣，试料中的其他物质与熔剂生成易熔性熔渣。将铅扣灰吹，得金银合粒，清除合粒表面粘附的杂质，经硝酸分金，用滴定法测定银量，重量法测定金量。

**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（含金<0.5 µg/g；含银<5 µg/g）。

3.3 硼砂：工业纯，粉状。

3.4 二氧化硅：工业纯，粉状。

3.5 面粉：工业纯，粉状。

3.6 硝酸钾：工业纯，粉状。

3.7 氯化钠：工业纯，粉状。

3.8 纯银（质量分数≥99.99%）。

3.9 纯金（质量分数≥99.99%）。

3.10 冰乙酸（ρ1.05 g/mL）。

3.11 盐酸（ρ1.19 g/mL）。

3.12 硝酸（ρ1.42 g/mL），优级纯。

3.13 乙酸（1+3）。

3.14 硝酸（1+1），不含氯根。

3.15 硝酸（1+7），不含氯根。

3.16 硫氰酸钾：分析纯。

3.17 硫酸铁铵溶液：取一份硫酸铁铵饱和溶液加入三份硝酸（1+3），混匀。

3.18 硫氰酸钾标准滴定溶液(*cKSCN*≈ 0.005 mol/L)。

3.18.1 配制：称取0.50 g硫氰酸钾（3.16）置于100 mL烧杯中，加水溶解，移入1000 mL容量瓶中，稀释至刻度，混匀。静置一周后过滤，备用。

3.18.2 标定：称取三份10 mg~15 mg纯银（3.8），精确至0.0001 mg，分别置于100 mL瓷坩埚（4.8）中，加入10 mL~15 mL硝酸（3.14），微热溶解并蒸至约1 mL~2 mL，加入少量水和0.5 mL硫酸铁铵溶液（3.17），以硫氰酸钾标准滴定溶液（3.18）滴定至浅红色即为终点。

按式（1）计算硫氰酸钾标准滴定溶液的实际浓度。

$$c=\frac{m\_{1}}{M×V\_{0}} …………………………（1）$$

式中：

*c*- 硫氰酸钾标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*m1-* 称取纯银的质量，单位为毫克（mg）；

*V0*- 滴定分金液所消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（ml）；

*M*- 银的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），为107.868。

三份标定结果的极差值不大于4×10-5 mol/L时，取三份标定结果的平均值，否则重新标定。

**4 仪器和设备**

4.1 分析天平：感量0.001 g。

4.2 超微量天平：感量0.001 mg。

4.3 试金电炉：最高加热温度1300 ℃。

4.4 粘土坩埚：材质为耐火粘土，高135 mm，上部外径85 mm，下部外径55 mm，容积为300 mL左右。

4.5 灰皿：镁砂灰皿或骨灰水泥灰皿，高35 mm，上部内径35 mm，下部外径40 mm。

4.6 铸铁模。

4.7 瓷坩埚（低型）：容积为30 mL。

4.8 瓷坩埚：容积为 100 mL。

4.9 分金电热板。

4.10 高温电炉板。

4.11 试样粉碎机。

**5 试样**

废电路板经取样破碎制成金属和非金属（树脂粉末）两种物料，金属A样全量通过2mm筛，再经0.44mm标准筛分筛上、筛下，铜渣B样经0.44mm标准筛分筛上、筛下，树脂粉末C样经0.2mm标准筛分筛上、筛下。

**6 分析步骤**

**6.1 试料**

试料中A样每份称取5 g，B样每份称取10 g，C样每份称取15 g，精确至0.001 g，A、B、C分析样分别独立地进行（至少）二次测定，取其平均值。

**6.2 空白试验**

**6.2.1** 随同试料做空白试验(平行测定三份，取其平均值)。

**6.2.2 试验方法**

称取40 g无水碳酸钠（3.1）、10 g硼砂（3.3）、15 g 二氧化硅（3.4）、3.3 g面粉（3.5）、200 g氧化铅（3.2）于粘土坩埚中，搅匀，覆盖约10 mm厚氯化钠（3.7），以下按6.3.2~6.3.4进行。

**6.3 测定**

**6.3.1 配料**

根据试料的化学组成及试料量，按下列原则于粘土坩埚中按表1进行配料并搅匀，覆盖约10 mm厚氯化钠（3.7）。

表1 试样配料表

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  | 氧化铅（g） | 碳酸钠（g） | 二氧化硅（g） | 硼砂（g） |
| A | 200 | 40 | 23 | 10 |
| B | 200 | 40 | 30 | 10 |
| C | 150 | 40 | 33 | 10 |
| 面粉、硝酸钾：根据试料中碳及硫的含量，适当加入。 |

**6.3.2 熔融**

将配好料的坩埚置于900 ℃的试金电炉中，升温50 min到1100 ℃，保温15 min出炉，将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，铅扣与熔渣分离，保留熔渣，以备再处理。并将铅扣锤成立方体。适宜的铅扣应为表面光亮，重30 g ~ 45 g，否则应重新调整配料，熔融。把熔渣去掉覆盖剂后收回原坩埚中。

**6.3.3 灰吹**

**6.3.3.1**  将铅扣放入已在900 ℃试金电炉内预热30 min的灰皿中，关闭炉门1 min ~ 2 min，待铅液表面黑色膜脱去后，稍开炉门使炉温尽快降至860 ℃进行灰吹，当合粒出现闪光后，灰吹结束。将灰皿移至灰吹炉门口，稍冷后放入灰皿盘中。

**6.3.3.2** 用医用止血钳取出金银合粒，刷去粘附的杂质，锤成薄片，置于30 mL的瓷坩埚中（其中合粒包含一次试金合粒和二次试金合粒）加入15 mL乙酸（3.13）加热微沸约5 min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，在超微量天平上（4.2）称量。保留灰皿残渣以备处理。

**6.3.4 分金**

将称量好的金银合粒置于小钢砧上锤成薄片，置于30 mL瓷坩埚中，加入10 mL热硝酸（3.15），在低温电热板上，保持近沸，蒸发至约2 mL，取下稍冷，再加入10 mL热硝酸（3.14），蒸至约2 mL，取下冷却。用热水洗涤坩埚壁，采用倾泄法将溶液移入100 mL瓷坩埚（4.8）中，用热水洗涤坩埚壁2次。冷却后加入约0.5 mL硫酸铁铵（3.17）指示剂，用硫氰酸钾标准滴定溶液（3.18）滴定至溶液呈浅红色即为终点，将盛有金粒的瓷坩埚置于高温电炉板上灼烧5 min。取下冷却后称量。

注：当合粒中银和金的比例小于3:1时，应向合粒中补加纯银，方法为：称取3倍于合粒量的银，用铅箔将合粒和纯银包裹，以下按6.3.3~6.3.5进行。若金粒呈黑色，采用原子吸收测定。

**6.3.5 补正（残渣再处理）**

将坩埚中存放的熔渣和灰皿放入试样粉粹机（4.11）粉粹后，加入50 g无水碳酸钠（3.1），50 g氧化铅（3.2），20 g硼砂（3.3），50 g二氧化硅（3.4），4.0 g面粉（3.5），搅匀，覆盖10mm厚的氯化钠（3.7），以下操作按6.3.2~6.3.4进行。

注：若采用骨灰灰皿，则熔融温度为1100℃；若是镁砂灰皿则熔融温度为1150℃，保温时间适当延长10 min左右。

**7 分析结果的计算：**

 试样中A、B、C的 金、银的含量以质量分数*ω*Au（A、B、C）、*ω*Ag（A、B、C）计，数值以（g/t）表示，分别按式（2）、式（3）计算：

*ω*Au（A、B、C）（g/t）=$ \frac{m\_{2}-m\_{3}}{m\_{0}}$$ …………………………$（2）

*ω*Ag（A、B、C）（g/t）= $\frac{c×V\_{1}×M×1000-m\_{4}}{m\_{0}}$$…………………………$（3）

试样金、银的含量以质量分数*ω*Au、*ω*Ag计，数值以（g/t）表示，分别按式（4）、式（5）计算：

*ω*Au（g/t）=$\frac{m\_{A}×ω\_{Au(A)}+m\_{B}×ω\_{Au(B)}+m\_{C}×ω\_{Au(C)}}{m\_{A}+m\_{B}+m\_{C}+m\_{F}}$$ …………………………$（4）

*ω*Ag（g/t）=$\frac{m\_{A}×ω\_{Ag(A)}+m\_{B}×ω\_{Ag(B)}+m\_{C}×ω\_{Ag(C)}}{m\_{A}+m\_{B}+m\_{C}+m\_{F}}$$ …………………………$（5）

式中：

*m2*  - 一次试金和二次试金合粒分金后的金质量，单位为微克（μg）；

*m3、m4* 、- 分别为一次试金空白合粒中金、银的质量，单位为微克（μg）；

*m0* - 试料的质量，单位为克（g）；

*c* - 硫氰酸钾标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*mA、mB*、*mC* 、*mF* - 分别为试样A、B、C及分拣的质量，单位为千克（Kg）；

*V1* - 滴定分金液所消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；*M* - 银的摩尔质量，[*M* (Ag) = 107.868]， 单位为克每摩尔（g/mol）。

所得结果，金量表示至小数点后两位；银量表示至小数点后一位。

**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2数据采用线性内插法求得：

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*Au/(g/t) |  |  |  |  |  |  |
| *r*/(g/t) |  |  |  |  |  |  |
| *W*Ag /(g/t) |  |  |  |  |  |  |
| *r*/(g/t) |  |  |  |  |  |  |

**8.2 再现性**

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

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*Au/(g/t) |  |  |  |  |  |  |
| *R*/(g/t) |  |  |  |  |  |  |
| *W*Ag /(g/t) |  |  |  |  |  |  |
| *R*/(g/t) |  |  |  |  |  |  |