q

**ICS 77.120.99**

**H 68**

 YS/T XXX-201X

（预审稿）

铜冶炼烟尘化学分析方法

第8部分：银和金含量的测定

火焰原子吸收光谱法和火试金法

Methods for chemical analysis of copper smelting soot -

 Part 8：Determination of silver and gold contents –

Flame atomic absorption spectrometry method and Fire assay method

201X－XX－XX 发布 201X－XX－XX实施

**中华人民共和国工业和信息化部** 发布

前 言

YS/T XXXX-201X《铜冶炼烟尘化学分析方法》分为9个部分：

——第1部分：铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法和碘量法；

——第2部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法和Na2EDTA滴定法；

——第3部分：锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法和容量法；

——第4部分：铋含量的测定 火焰原子吸收光谱法和Na2EDTA滴定法；

——第5部分：砷含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；

——第6部分：铟含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第7部分：镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法和容量法；

——第8部分：银和金含量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法；

——第9部分：锑含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

本部分为YS/TXXX的第8部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本标准负责起草单位：

本部分方法1起草单位：广东省工业分析检测中心

本部分方法1参加起草单位：北矿检测技术有限公司、大冶有色金属有限责任公司、江西铜业股份有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、紫金铜业有限公司、中条山有色金属集团有限公司、云南锡业股份有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、浙江富冶集团有限公司、郴州市金贵银业股份有限公司、防城港市东途矿产检测有限公司。

本部分方法1主要起草人：

本部分方法2起草单位：广东省工业分析检测中心、山东恒邦冶炼股份有限公司

本部分方法2参加起草单位：江西铜业股份有限公司、大冶有色金属有限责任公司、中条山有色金属集团有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、湖南有色地质勘查研究院、铜陵有色金属集团控股有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、紫金铜业有限公司、郴州市金贵银业股份有限公司、浙江富冶集团有限公司。

本部分方法2主要起草人：

铜冶炼烟尘化学分析方法

第8部分：银和金含量的测定

火焰原子吸收光谱法和火试金法

1 范围

本部分规定了铜冶炼烟尘中银含量的测定方法。

本部分适用于铜冶炼烟尘中银含量的测定。方法1测定范围： 60.0 g/t～1600.0 g/t。方法2测定范围：0.30 g/t～55.0 g/t。

方法1 火焰原子吸收光谱法

2.1 方法提要

 试料用酸溶解，高氯酸冒烟。在盐酸介质中，于原子吸收光谱仪波长328.1nm处，以空气–乙炔火焰，测量银的吸光度。

2.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯或更高纯度的试剂和二级水。

2.2.1 盐酸（ρ 1.19 g/mL）。

2.2.2 硝酸（ρ 1.42g/mL）。

2.2.3 高氯酸（ρ 1.67g/mL）。

2.2.4 氢氟酸（ρ 1.13 g/mL）。

2.2.5 硝酸（1＋1）。

2.2.6 盐酸（3＋17）。

2.2.7 银标准贮存溶液：称取0.5000 g金属银（*wAg*≥99.99%）置于250 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（2.2.5），盖上表面皿，低温加热至溶解完全，取下冷却，移入500 mL容量瓶中，加入40 mL硝酸（2.2.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg银。

2.8 银标准溶液：移取10.00 mL银标准贮存溶液（2.2.7）于200 mL容量瓶中，加入20 mL硝酸（2.2.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50 μg银。

2.3 仪器

原子吸收光谱仪，附银空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

──特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，银的特征浓度应不大于0.03 μg/mL。

──精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的1.00 %；用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量10次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的0.50 %。

──工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于0.70。

2.4 试样

2.4.1 试样粒度不大于100 um。

2.4.2试样应在100°C ～105°C烘干2 h，置于干燥器中冷却至室温备用。

2.5 分析步骤

2.5.1 试料

按表1称取试样量，精确至0.0001 g。

2.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

2.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

2.5.4 测定

2.5.4.1 将试料（2.5.1）置于100 mL烧杯中，加入10 mL硝酸（2.2.2），盖上表面皿，待剧烈反应停止后，加热3min～5min，加入 5 mL高氯酸（2.2.3）(试样含硅高时，加入5 mL氢氟酸（2.2.4），用聚四氟乙烯塑料烧杯溶解试样)，继续加热至高氯酸冒浓白烟，蒸至湿盐状，取下冷却。加入15 mL盐酸（2.2.1），用水吹洗表面皿，加热使盐类溶解。将溶液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。按表1分取试液于适量容量瓶中，用盐酸（2.2.6）稀释至刻度，混匀。

表1 试料质量与分取试液量

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 银的质量分数/g/t | 试料量/g | 分取试液体积/mL | 测量时试液体积/mL |
| 60.0～400.0 | 0.50 | - | 100 |
| ＞400.0～1600.0 | 0.30 | 10 | 25 |

2.5.4.2 使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长328.1nm处，与系列标准溶液同时，用水调零，测量空白试液和试料溶液的吸光度，从工作曲线查出相应的银的浓度。

2.5.4.3 工作曲线的绘制

 移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.40 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL银标准溶液（2.2.8），置于一组100 mL容量瓶中，用盐酸（2.2.6）稀释至刻度，混匀。

在与试液测定相同条件下，用水调零，测量系列标准溶液的吸光度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度，以银的浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

2.6 试验数据处理

银的质量分数以*wAg*计，数值以g/t表示，按公式（1）计算：

 ∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙∙（1）

式中：

*ρ* ——自工作曲线上查得试液中银的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ0*——自工作曲线上查得空白试验中银的质量浓度，单位为微克每毫升（μg /mL）；

*V*0——测量时试液体积，单位为毫升（mL）；

*V*1 ——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

*V*2 ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*m*0 ——试料的质量，单位为克（g）。

所得结果表示至小数点后一位。

2.7 精密度

2.7.1 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或外延法求得：

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *WAg*/ % |  |  |  |  |  |
| r / % |  |  |  |  |  |

2.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差不大于再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表3数据采用线性内插法或外延法求得：

表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *WAg*/ % |  |  |  |  |  |
| R / % |  |  |  |  |  |

方法2 金含量的测定 火试金法

3.1 方法提要

试料与适量的熔剂熔融，以铅捕集金、银形成铅扣。其他杂质与熔剂生成易熔性熔渣，利用铅扣与熔渣的密度不同，使铅扣与熔渣分离，将铅扣灰吹，得到金银合粒。合粒经硝酸、盐酸溶解,在稀盐酸介质中，于原子吸收光谱仪波长242.8 nm处，以空气–乙炔火焰，测量金的吸光度。

3.2 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯或更高纯度的试剂和二级水。

3.2.1 无水碳酸钠：工业纯，粉状。

3.2.2 氧化铅：工业纯，粉状（*w*Au≤0.02 g/t）。

3.2.3 硼砂：工业纯，粉状。

3.2.4 二氧化硅：工业纯，粉状。

3.2.5 无水硫酸钠：工业纯，粉状。

3.2.6 淀粉：工业纯，粉状。

3.2.7 银 ( *w*Ag≥99. 99%)。

3.2.8 盐酸（ρ1.19 g/mL）。

3.2.9硝酸（ρ1.42 g/mL）。

3.2.10 硝酸（1+1）。

3.2.11 盐酸（5+95）。

3.2.12 混合酸：3单位体积盐酸(3.2.8)加1单位体积硝酸(3.2.9)混匀，现用现配。

3.2.13氯化钠溶液（200 g/L）。 3.2.14 金标准贮存溶液：称取0.1000 g金片（*w*Au≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入10 mL混合酸(3.2.12)，盖上表面皿。低温加热溶解，加入5滴氯化钠溶液(3.2.13)，于水浴上蒸至近干，加入10mL盐酸(3.2.8)溶解，移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg金。

3.2.15 金标准溶液：移取10.00 mL金标准贮存溶液（3.2.14）于100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸(3.2.8)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 ug金。

3.3 仪器设备

3.3.1 试金电炉：最高加热温度为1350 ℃。

3.3.2 箱式电炉：最高加热温度为1000 ℃。

3.3.3 试金坩埚：材质为耐火粘土，容积不少于300 mL。

3.3.4 镁砂灰皿：顶部内径约35 mm，底部外径约40 mm，高约30 mm，深约17 mm。

制法：水泥（425#）、镁砂（85%通过200目筛）按质量比（15：85），再加入少量水搅和均匀，在灰皿模上压制成型，阴干两个月后备用。

3.3.5 铸铁模。

3.3.6 原子吸收光谱仪，附金空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

──特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，金的特征浓度应不大于0.08 μg/mL。

──精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的1.00 %；用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量10次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的0.50 %。

──工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于0.70。

3.4 试样

3.4.1 试样粒度不大于0.096 mm。

3.4.2 试样应在100°C ～105°C烘干2 h，置于干燥器中冷却至室温备用。

3.5 分析步骤

3.5.1 试料

称取10 g试样，精确至0.01 g。

3.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

3.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

3.5.4 试金测定

3.5.4.1 配料

硅酸度：控制在0.75~1.0。将试料(3.5.1)、表4配料及约10 mg~20 mg银(3.2.7)置于250 mL广口瓶中混匀，移入试金坩埚内，覆盖约10 mm厚的无水硫酸钠(3.2.5 )。

表4 配料表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 熔剂组分 | 碳酸钠 | 二氧化硅 | 硼砂 | 氧化铅 | 淀粉 |
| 质量/g | 20 | 10 | 10 | 100 | 3.0 |

3.5.4.2 熔融

将坩埚置于炉温为950 ℃的试金电炉（3.3.1）内，关闭炉门，在45 min~60 min升温至1100 ℃，保温10 min后出炉，将坩埚平稳地旋动数次，并在铁板上轻轻敲击2～3下，使附着在坩埚壁上的铅珠下沉，小心将熔融物倒入已预热且涂有深层机油的铸铁模中。冷却后使铅扣与熔渣分离，将铅扣锤成立方体，称重，使铅扣保持在25 g～40 g。收集熔渣以备补正使用。

3.5.4.3 灰吹

将铅扣放入已在900 ℃箱式电炉（3.3.2）中预热20 min的镁砂灰皿中，关闭炉门1 min~2 min，待熔铅脱膜后,稍开炉门，控制炉温在880 ℃进行灰吹，当合粒出现光辉点，灰吹即告结束。将灰皿移至炉门口，稍冷后放入灰皿盘中。用镊子取出合粒置于小钢砧上，用锤子锤掉粘附杂质。

3.5.4.4 二次试金

3.5.4.4.1将熔渣粉碎后（180um），进行二次试金。

3.5.4.4.2 补正试验方法 ：将熔渣（全量）、20 g碳酸钠（3.2.1）、10g 二氧化硅（3.2.4）、5g 硼砂（3.2.3）、30g氧化铅（3.2.2）、3.5g淀粉（3.2.6）及约10 mg~20 mg银(3.2.7)，置于原坩埚中，搅拌均匀后，覆盖约10 mm厚的无水硫酸钠(3.2.5)，按3.5.4.2～3.5.4.3步骤操作。

3.5.4.5 溶解

将一次和二次试金合金颗粒置于100 mL烧杯中，加人10 mL硝酸(3.2.10)，盖上表面皿，低温加热至银溶解完全，加人10 mL盐酸(3.2.8)，蒸至湿盐状。取下冷却，用盐酸（3.2.11）吹洗表面皿和烧杯，加热溶解至微沸，取下冷却。按表5将溶液与沉淀转移至适量容量瓶中，用盐酸（3.2.11）稀释至刻度，混匀。

表5 定容体积

|  |  |
| --- | --- |
| 金的质量分数/(g/t) | 定容体积/mL |
| 0.30～10.0 | 25 |
| >10.0～55.0 | 100 |

3.5.4.6 测定

使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长242.8 nm处，与系列标准溶液同时，用水调零，测量空白试液和试料溶液的吸光度，从工作曲线查出相应的金的浓度。

3.5.4.7 工作曲线的绘制

移取0 mL、0.20 mL、0.50 mL、 1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL金标准溶液（3.2.15）于一组100 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸(3.2.8)，用水稀释至刻度，混匀。

在与试液测定相同条件下，用水调零，测量系列标准溶液的吸光度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度，以金的浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

3.6 试验数据处理

金含量以金的质量分数*w*Au计，数值以g/t表示，按公式（2）计算：

…………………………………（2）

式中：

*ρ*1——空白试验中金的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ*2——试液中金的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*——试液定容体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

 计算结果表示至小数点后一位（小于10g/t的表示至小数点后两位）。

3.7 精密度

3.7.1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6数据采用线性内插法或外延法求得。

表6 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wAu/（g/t）* |  |  |  |  |  |  |
| *r/*（g/t） |  |  |  |  |  |  |

3.7.2 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*)，超过再现性限(*R*)的情况不超过5%。再现性限(*R*)按表7数据采用线性内插法或外延法求得。

表7 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wAu/（g/t）* |  |  |  |  |  |  |
| *R/*（g/t） |  |  |  |  |  |  |

4 试验报告

试验报告至少应包括以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准（YS/T XXX.X—201X）；

——使用的方法；

——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。