q

**ICS 77.120.99**

**CCSH 15**

 YS/T XXX.X-202X

（审定稿）

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

202X－XX－XX 发布 202X－XX－XX实施

**中华人民共和国工业和信息化部** 发布

前 言

本文件按照GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是YS/T XXXX《铜冶炼烟尘化学分析方法》的第8部分。YS/T XXXX-202X 《铜冶炼烟尘化学分析方法》已经发布了以下个部分：

——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2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；

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件负责起草单位：广东省科学院工业分析检测中心

本文件方法1起草单位：广东省科学院工业分析检测中心、山东恒邦冶炼股份有限公司、江西铜业股份有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、北方铜业股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、湖南省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。

本文件方法1主要起草人：陈小兰、谢辉、熊晓燕、唐维学、栾海光、张月、 张千强 、厉芳、冯媛、施小英、昝敏娇、孙嘉奇、邱清良、邱盛香、李金岩、王茁、陈小燕、杨旭忠、雷素函、谢喜清、李耀泉、张丽娟、刘伟、曾龙、朱吾金、曾宗杰。

 本文件方法2起草单位：广东省科学院工业分析检测中心、北矿检测技术有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、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、北方铜业股份有限公司、云南锡业股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、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。

本文件方法2主要起草人：陈小兰、熊晓燕、唐维学、黄秋玲、刘秋波、周专、胡军凯、赖承华、刘 磊、肖立勇、姜兴伟、衷水平、赖秋祥、王沛、张博文、普浩然、邱清良、张园、黄祖飞、廖桂平、廖家章、徐鹏飞、刘伟、曾龙、江明景、岑进伟。

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

本文件规定了铜冶炼烟尘中银含量和金含量的测定方法。

本文件适用于铜冶炼烟尘中银含量和金含量的测定。方法1测定范围：银 60.0 g/t～1600.0 g/t。方法2测定范围：金0.30 g/t～55.0 g/t。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法1 银含量的测定 火焰原子吸收光谱法

4.1 原理

 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,按工作曲线法计算银量。

4.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或离子水或相当纯度的水。

4.2.1 盐酸（ρ =1.19 g/mL）。

4.2.2 硝酸（ρ =1.42g/mL）。

4.2.3 高氯酸（ρ =1.67g/mL）。

4.2.4 氢氟酸（ρ =1.13 g/mL）。

4.2.5 盐酸（3＋17）。

4.2.6 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（1＋1），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（4.2.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg银。

4.2.7 银标准溶液：移取10.00 mL银标准贮存溶液（4.2.6）于200 mL容量瓶中，加入20 mL硝酸（4.2.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含50 μg银。

4.3 仪器设备

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。

4.4 样品

4.4.1 样品粒度不大于100 um。

4.4.2样品应在105°C ±5°C烘干2 h，置于干燥器中冷却至室温备用。

4.5试验步骤

4.5.1 试料

按表1称取试样量，精确至0.0001 g。

4.5.2 平行试验

平行做两份试验。

4.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料（2.5.1）置于100 mL烧杯中，加入少量水润湿，加入10 mL硝酸（4.2.2），盖上表面皿，待剧烈反应停止后，加热3 min～5 min，加入 5 mL高氯酸（4.2.3）(试样含硅高时，加入5 mL氢氟酸（4.2.4），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。按表1加入盐酸（4.2.1），用水吹洗表面皿和杯壁，加热使盐类溶解，取下冷却至室温。将溶液移入相应的容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，静至澄清。

表1 试料质量与分取试液量

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 银的质量分数/g/t | 试料量/g | 定溶体积/mL | 加盐酸（4.2.1）/mL |
| 60.0～400.0 | 0.50 | 100 | 15 |
| ＞400.0～1600.0 | 0.30 | 200 | 30 |

4.5.4.2 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。

4.5.5 工作曲线的绘制

4.5.5.1移取0 mL、0.50 mL、1.00 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（4.2.5）稀释至刻度，混匀。

4.5.5.2使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长328.1nm处，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。

4.6 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* ——试液中银的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ0*——空白试验中银的质量浓度，单位为微克每毫升（μg /mL）；

*V*0——试液定容体积，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。

4.7 精密度

4.7.1 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*/( g/t) | 66.7 | 250.5 | 691.3 | 1173.8 | 1502.1 |
| *r* / (g/t) | 4.2 | 16.6 | 34.1 | 46.1 | 69.3 |

4.7.2 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*/ (g/t) | 66.7 | 250.5 | 691.3 | 1173.8 | 1502.1 |
| *R* / (g/t) | 7.4 | 19.8 | 60.7 | 54.9 | 85.4 |

5 方法2 金含量的测定 火试金法

5.1 原理

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。

5.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或离子水或相当纯度的水。

5.2.1 无水碳酸钠：工业纯，粉状。

5.2.2 氧化铅：工业纯，粉状（*w*Au≤0.02 g/t）。

5.2.3 硼砂：工业纯，粉状。

5.2.4 二氧化硅：工业纯，粉状。

5.2.5 无水硫酸钠：工业纯，粉状。

5.2.6 淀粉：工业纯，粉状。

5.2.7 银 ( *w*Ag≥99. 99%)。

5.2.8 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

5.2.9硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

5.2.10 硝酸（1+1）。

5.2.11 盐酸（5+95） 5.2.12 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单位体积盐酸(5.2.8)加1单位体积硝酸(5.2.9))，盖上表面皿。低温加热溶解，加入5滴氯化钠溶液（200 g/L），于水浴上蒸至近干，加入10mL盐酸(5.2.8)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。

5.2.13 金标准溶液：移取10.00 mL金标准贮存溶液（5.2.12）于100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸(5.2.8)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 ug金。

5.3 仪器设备

5.3.1 试金电炉：最高加热温度不低于1350 ℃。

5.3.2 箱式电炉：最高加热温度不低于1000 ℃。

5.3.3 试金坩埚：材质为耐火粘土，容积不少于300 mL。

5.3.4 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。

5.3.5 铸铁模。

5.3.6 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。

5.4 样品

5.4.1 样品粒度不大于100 um。

5.4.2 样品应在105°C ±5°C烘干2 h，置于干燥器中冷却至室温备用。

5.5试验步骤

5.5.1 试料

称取10 g试样，精确至0.01 g。

5.5.2 平行试验

平行做两份试验。

5.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.5.4 测定

5.5.4.1 控制在0.75~1.0硅酸度。将试料(5.5.1)、表4配料及约10 mg~20 mg银(5.2.7)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(5.2.5 )。

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 |

5.5.4.2 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。

5.5.4.3 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。

5.5.4.4 将熔渣粉碎后（180 um），进行二次试金。补正试验方法 ：将熔渣（全量）、20 g碳酸钠（5.2.1）、10 g 二氧化硅（5.2.4）、5 g 硼砂（5.2.3）、30 g氧化铅（5.2.2）、3.5 g淀粉（5.2.6）及约10 mg~20 mg银(5.2.7)，置于原坩埚中，搅拌均匀后，覆盖约10 mm厚的无水硫酸钠(5.2.5)，按5.5.4.2～5.5.4.3步骤操作。

5.5.4.5 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(5.2.10)，盖上表面皿，低温加热至银溶解完全，加人10 mL盐酸(5.2.8)，蒸至2 mL～3 mL，取下冷却至室温。用盐酸（5.2.11）吹洗表面皿和烧杯，按表5将溶液与沉淀转移至相应容量瓶中，用盐酸（5.2.11）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 |

5.5.4.6 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。

5.5.5工作曲线的绘制

5.5.5.1 移取0 mL、0.20 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL金标准溶液（5.2.13）于一组100 mL容量瓶中，以盐酸（5.2.11）稀释至刻度，混匀。

5.5.5.2使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长242.8 nm处，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。

5.6 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*2——试液中金的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ*1——空白试验中金的质量浓度，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）。

5.7 精密度

5.7.1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）* | 0.39 | 2.40 | 10.0 | 27.1 | 43.1 | 51.0 |
| *r/*（g/t） | 0.07 | 0.14 | 0.5 | 1.0 | 1.7 | 2.1 |

5.7.2 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）* | 0.39 | 2.40 | 10.0 | 27.1 | 43.1 | 51.0 |
| *R/*（g/t） | 0.11 | 0.22 | 1.0 | 1.5 | 2.0 | 2.6 |

6 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容，至少应给出以下几个方面的内容：

试样；

使用的标准（YS/T XXX.X—201X）；

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。