**粗锑化学分析方法**

**第2部分：金量的测定**

**火试金法**

编 制 说 明

（预审稿）

锡矿山闪星锑业有限责任公司

2021年1月

**粗锑化学分析方法**

**第2部分：金量的测定 火试金法**

**编制说明**

**一、 工作简况**

**1、任务来源**

根据工信厅科〔2019〕126号和有色标委[2019]73号《关于转发2019年第二批有色金属国家、行业、协会标准制（修）订项目计划的通知》，其中行业标准《粗锑化学分析方法 第2部分：金量和银量的测定 火试金重量法》（项目编号：2019-0416T-YS）由锡矿山闪星锑业有限责任公司、湖南辰州矿业股份有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、长沙矿冶研究院有限公司、水口山有色金属集团有限公司等负责起草，完成年限为2021年。

**2、项目目的和意义**

《粗锑化学分析方法 第2部分：金量和银量的测定 火试金重量法》属新制订项目，与有色行业标准《粗锑》配套。

国内粗锑年产量2万吨以上，主要有间接法火法生产氧化锑形成的底水粗锑、火法处理含金锑精矿形成的含金银粗锑以及湿法产出的电解阴极粗锑，这些粗锑含有不同量的金、银，大多销往具有锑金分离工艺的企业，年交易量达1.5万吨以上。

金和银是粗锑中的有价元素，之前的金量一般按锑精矿中金量测定的火试金法（YS/T556.9-2009）检测。但我们发现：由于高含量基体锑的存在，对熔融时的配料有特殊要求，细小变化，可能对结果影响很大，由此产生较多的纠纷，第三方机构仲裁检测结果难以得到供需双方的信服。因此，有必要建立公认的、准确的火试金法测定粗锑中金银的标准方法，规范检测过程，满足市场需求。且能促进粗锑中金、银的回收和综合利用，带来一定的经济效益和社会效益。

**3、项目编制组及分工**

标准制订计划任务正式下达后，在全国有色金属标委会2019年10月29日~31日于泰安召开的年度会议上，对《粗锑化学分析方法 第2部分：金量和银量的测定 火试金重量法》行业标准制订进行了任务落实，成立了标准编制组，拟定了工作计划。具体分工为：锡矿山闪星锑业有限责任公司总负责，负责试验方案确定、信息收集、资料汇总分析及执笔；湖南辰州矿业股份有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、长沙矿冶研究院有限公司、水口山有色金属集团有限公司、中金岭南股份有限公司韶关冶炼厂、紫金铜业有限公司、昆明冶金研究院、北矿检测技术有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、白银有色集团股份有限公司、金隆铜业有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、有色桂林矿产地质研究院有限公司、广东省工业分析检测中心负责补充信息和标准数据的验证；锡矿山闪星锑业有限责任公司、山东恒邦冶炼股份有限公司负责提供试验样品。各单位分工合作，共同完成标准的修订工作。

**4、主要工作过程及存在的问题**

根据《粗锑化学分析方法》行业标准制订任务落实确定的思路，计划2020年10进行预审，2021年3月完成终审。总负责单位锡矿山闪星锑业有限责任公司会后立即起动前期工作，公司内成立相应的工作组，收集相关信息，准备2020年春节后按计划开展工作。

但全球流行的新冠疫情打乱了工作计划，使整体工作推迟了四个多月。原定由锡矿山闪星锑业和山东恒邦共同提供试验样品，由于生产工作不正常，8月份才从锡矿山闪星锑业收集到各类粗锑样品，9月进行样品制备及开始方法试验。12月份形成标准《征求意见稿》，也作为《预审稿》。

在对各类粗锑样品进行金、银量普查后，我们发现国内所有粗锑含银量大都不高，最高的不到300g/t（具体数据见表1），用火试金法测定也不合适，而且往往相对于所含金的价值太小，几乎可以忽略不计，均不计价，建立标准方法的意义不大。因此，仅对火试金测定粗锑中金量的条件进行了试验研究，形成的方法《预审稿》中取消了银量的测定。

表1 各类粗锑样品金银普查数据

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 1#粗锑  （阴极锑） | 2#粗锑  （锑白炉底水锑） | 3#粗锑  （反射炉毛锑） | 5#粗锑  （贵锑） |
| Au/g/t | 121.9 | 81.8 | 5.5 | 1165.7 |
| Ag/g/t | 183.0 | 177.4 | 62.6 | 215.2 |

**二、标准编制原则**

《粗锑化学分析方法 第2部分：金量的测定 火试金重量法》是与有色行业标准《粗锑》配套的新制订标准，结合国外内粗锑的实际生产、贸易情况，满足客房需求，编制原则如下：

1）本标准编制，积极向相关的先进标准靠拢，做到标准的先进性；

2）力求做到标准所规定的方法简便、精密度好、准确度高，以能满足粗锑中金的测定要求为基础；

3）本标准是根据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》和GB/T20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求进行编写的。

**三、确定标准主要内容的依据**

1、方法选择

采用目前国内外一致认可的准确度高的经典的火试金法。

2、测定范围

测定范围主要考虑覆盖市场上粗锑贸易过程金量计价范围和粗锑产品的实际含金量范围。

3、称样量的确定

考虑既能满足称样的代表性，又能减少试剂用量和熔融造渣的难度。

4、配料

在不同的硅酸度下，进行配料试验，确定选择中性偏碱性配料，确保熔融造渣和铅扣质量，满足精密度和准确度需求。

5、二次试金

考虑大部分粗锑金含量较高，一次试金会在渣和灰皿中有金的损失，采用渣和灰皿全量二次试金。

6、熔融、灰次温度

熔融、灰次温度遵循火试金常理，

7、精密度试验

根据标准所规定的测定范围，制备呈阶梯性的试样，依照分析方法进行重复性试验和再现性试验，计算各精密度试验样品的重复性限和再现性限，同时还要考虑重复性限r和再现性限R的设立尽可能合理，样品分析时用线性插入法求得相对应的重复性限r和再现性限R。

因准备试验样品的难度大、时间较长，未及时向各验证单位派发，再现性试验未按期进行，再现性试验计划在2021年4月底前全部完成。

**四、标准水平分析（采用国际标准和国外先进标准的程度（IDT、MOD或NEQ）、国际、国外同类标准水平的对比分析）**

没有查到国际标准和国外先进标准。

**五、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系**

本标准所规定的内容，与国家法律、法规没有冲突。

**七、标准中如涉及专利，应有明确的知识产权说明**

无

**八、重大分歧意见的处理经过和依据**

无

**九、标准作为强制性或推荐性标准的建议**

本标准建议不作为强制性标准，而建议作为推荐性标准。

**十、贯彻标准的要求和措施建议**

本标准是新制订的，与在YS/T XXX-XXX《粗锑》配套，适用粗锑中金量的测定。建议相关单位组织专项标准宣贯会进行系统学习。本标准发布后，各企业应积极宣传和贯彻，并立即采用新标准进行分析，服务于粗锑生产和贸易，满足国内、外市场及用户的需要。

**十一、废止现行有关标准的建议**

无

**十二、其他应予说明的事项**

无

**十三、预期效果**

国内粗锑年产量2万吨以上，年交易量达1.5万吨以上，其金量的分析检测方法受到生产、贸易各方的关注，必须有科学、准确、适用的分析方法标准的技术支持，满足生产、贸易过程金量检测的需要。

金是粗锑中的有价元素，之前的金量一般按锑精矿中金量测定的火试金法（YS/T556.9-2009）检测。但由于高含量基体锑的存在，对熔融时的配料有特定要求，细小变化，可能对结果影响很大，由此产生较多的纠纷，第三方机构仲裁检测结果难以得到供需双方的信服。因此，建立公认的、准确的火试金法测定粗锑中金银的标准方法，规范检测过程，且能促进粗锑中金的回收和综合利用，满足市场需求。带来一定的经济效益和社会效益。

《粗锑化学分析方法 第2部分：金量的测定 火试金法》行业标准编制组

2021年1月4日