ICS 77.120.60

CCS H13

|  |
| --- |
|       |

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX. XX—20XX

|  |
| --- |
|   |

高硫渣化学分析方法

第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法

Methods for chemical analysis of high-sulfur slag - part 2: Determination of silver content — The flame atomic absorption spectrometry method and Fire assay method

|  |
| --- |
|  |
| 方法2 火试金法 |

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

本文件按照GB/T 1.1-2020《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。

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。

YS/T xxxx《高硫渣化学分析方法》共分为2部分：

——第1部分：硫量的测定燃烧法；

——第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法；

本文件为YS/T XXXX XX的第2部分。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC）提出并归口。

本文件方法2起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司

高硫渣化学分析方法

第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法

1. 范围

本文件规定了锌湿法冶炼高硫渣中银含量的测定方法。

本文件适用于锌湿法冶炼过程中高硫渣中银含量的测定。方法1测定范围： 50 g/t～500 g/t；方法2测定范围： 500 g/t～1500 g/t。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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 火焰原子吸收光谱法

5 方法2 火试金法

5.1 方法提要

试料与适量的熔剂熔融的同时，以铅捕集银形成铅扣，杂质与熔剂生成熔渣，铅扣与熔渣密度不同而分离；通过灰吹使银与铅等贱金属分离；用重量法测定银。

5.2 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符合GB/T 6682规定的二级水。

5.2.1 无水碳酸钠：工业纯，粉状。

5.2.2 氧化铅，粉状（*w*Ag≤0.5 g/t）。

5.2.3 二氧化硅，工业纯（SiO2＞95%），粉状。

5.2.4 硼砂：工业纯，颗粒状。

5.2.5冰乙酸（ρ=1.05 g/mL）。

5.2.6 硝酸钾：工业纯。

5.2.7面粉：工业纯，粉状。

5.2.8 覆盖剂：两份无水碳酸钠（5.2.1）和一份硼砂（5.2.4）混合。

5.2.9 乙酸（1+3）

5.2.10 纯银（质量分数≥99.99%）

5.3 设备与仪器

5.3.1超微量天平：感量0.001mg。

5.3.2试金电炉：最高加热温度1350℃。

5.3.3试金坩埚：材质为耐火粘土，容积300 mL～500mL。

5.3.4灰皿（镁砂灰皿）：顶部内径约 35 mm，底部外径约 40 mm，高约 30mm，深约 17 mm。

5.3.5瓷坩锅：容积30mL。

5.3.6 铸铁模。

5.4 试样

5.4.1 试样粒度应小于0.100mm。

5.4.2 样品粒度应不大于100 μm。样品应在75-80℃烘箱中烘干1 h至恒重，并置于干燥器中冷却至室温。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料

称取试料5g，精确至至0.0001g.

5.5.2 测定次数

独立的进行两次测定，取其平均值。

5.5.3 空白试验

随同试料做空白试验，平行测定三份，取其平均值

空白试验方法：称取60 g氧化铅（5.2.2）、35 g无水碳酸钠（5.2.1）、7 g 二氧化硅（5.2.3）、8g硼砂（5.2.4）、3.0 g淀粉（5.2.7）于试金坩埚中，搅拌均匀，覆盖约10 mm厚的覆盖剂（5.2.8），以下按5.5.4.2～5.5.4.4进行。

5.5.4测定

5.5.4.1 配料

各项熔剂按表3用量配料。

表3 配料表

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 试料质量/g | 碳酸钠 | 氧化铅 | 二氧化硅 | 硼砂 | 硝酸钾 |
| 5.0000 | 35 | 60 | 7 | 8 | 按公式（1）计算 |

*m*硝酸钾=（*m*试料 \* 20 \**ws*－ 30）/ 4.**........................（1）**

将试料（5.5.1）及上述配料熔剂放入试金坩埚（5.3.3）中，搅拌均匀，覆盖约10 mm厚的覆盖剂（5.2.8）。

5.5.4.2 熔融

将已配料的试金坩埚置于900℃的试金电炉（5.3.2）中，在40min内使炉温升至1100℃，保温10min，取出试金坩埚,平稳地旋转2~3次, 轻敲二下，小心将熔融物倒入已烘干并涂有机油的锥形铁模（5.3.6）中，冷却后将铅扣与熔渣分离，将铅扣锤成立方体，称重（保持铅扣质量28g～35g之间）。

5.5.4.3 灰吹

将铅扣放入已在930℃试金炉（5.3.2）中预热20min的灰皿（5.3.4）中，关闭炉门lmin～2min，待熔铅脱膜后，稍开炉门，同时保持炉温在860℃进行灰吹，当合粒出现光辉点，灰吹即告结束，把灰皿移至炉门口，稍冷后取出。冷却后，用镊子取出合粒置于瓷坩埚（5.3.5）中。

5.5.4.4洗涤

将银粒清除灰皿渣后，置于瓷坩埚（5.3.5）中，加入乙酸（5.2.9）20mL，于电热炉上加热至沸，保持加热5 min ，取下瓷坩埚，用热水洗三次，于电热板上低温烘干，取出冷却，于天平（5.3.1）上称量银粒质量。

5.6 银的补正

5.6.1 系数补正法

 称取与试样相当的纯银（5.2.10）于预先加有分析试料时等量的无水碳酸钠（5.2.1）、二氧化硅（5.2.3），硼砂（5.2.4）、氧化铅（5.2.2），并加入3.0克的淀粉于试金坩埚（5.3.3）中，搅拌均匀，覆盖约10 mm厚的覆盖剂（5.2.8），以下按5.5.4.2～5.5.4.4进行。

 按式2计算银的补正系数

…………………………………………（2）

式中：

 *b*——银的补正系数，无量纲；

 *m*1——称取纯银质量，单位为克（mg）；

 *m*2——补正试验中银粒的质量，单位为毫克（mg）；

*m*3——空白试验中银的质量，单位为毫克（mg）。

 取三份结果的平均值，如银的补正系数小于0.985或大于1.00，试样及补正试验必须重做。

5.7 试验数据处理

银的含量以银质量分数*w*Ag计，单位g/t，按式（3）：

 …………………………………………（3）

式中： *m*0——试料的质量，单位为克（g）；

 *m4*——银粒的质量，单位为毫克（mg）；

*m*3——空白试验中银的质量，单位为毫克（mg）。

 *b*——银的补正系数，无量纲；

 计算结果结果应表示至小数点后一位。

5.8 精密度

5.8.1 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4 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Ag／g/t | 507.0  | 804.4 | 1210.6 | 1512.9 |
| *r*／g/t | 15 | 19 | 25 | 30 |

5.8.2 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3数据采用线性内插法求得：

表5 再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Ag／g/t | 507.0  | 804.4 | 1210.6 | 1512.9 |
| *R*／g/t | 35 | 39 | 45 | 50 |

6 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/TXXXX.1—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。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_