YS

ICS 77.120.99

CCS H 13

中华人民共和国工业和信息化部 发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

铋精矿化学分析方法

第11部分：银含量和金含量的测定

火焰原子吸收光谱法和火试金法

Methods for chemical analysis of bismuth concentrate—

Part 11: Determination of silver content and gold content —

Flame atomic absorption spectrometric method and fire assaying method

(预审稿)

YS/T 240.11—202X

代替YS/T 240.11-2007

中华人民共和国有色金属行业标准

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。

本文件是YS/T 240《铋精矿化学分析方法》的第11部分。YS/T 240已经发布了以下部分：

——第1部分：铋含量的测定 Na2EDTA容量法；

——第2部分：铅含量的测定 Na2EDTA容量法和火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法和重量法；

——第4部分：三氧化钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第5部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第6部分：铁含量的测定 重铬酸钾容量法；

——第7部分：硫含量的测定 燃烧-中和滴定法；

——第8部分：砷含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和DDTC-Ag分光光度法；

——第9部分：铜含量的测定 碘量法和火焰原子吸收光谱法；

——第10部分：三氧化二铝含量的测定 天青S光度法和Na2EDTA滴定法；

——第11部分：银含量和金含量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法；

——第12部分：铅、锌、铜、砷、锑和镉含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件代替YS/T 240.11-2007《铋精矿化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法》。本部分与YS/T 240.11-2007相比，除结构调整和编辑性修改外，主要技术变化如下：

a)增加了标准使用安全警示；

b)增加了“规范性引用文件”（见第2章）；

c)—增加了“术语和定义”（见第3章）；

d)修改了样品前处理方法，将“试料用盐酸、硝酸分解”改为“试料用硝酸、高氯酸、盐酸”（见第4章）；

e)增加了“金含量的测定 火试金法”（见第5章）。

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。

本文件起草单位：广东省科学院工业分析检测中心、长沙矿冶院检测技术有限责任公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司、北矿检测技术股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、云南驰宏锌锗股份有限公司、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、山西北方铜业有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、昆明冶金研究院有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、湖南有色金属研究院有限责任公司。

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1994年首次发布，2007年第一次修订；

——本次为第2次修订。

引 言

我国铋的储量居世界第一位，同时也是最大的铋生产国。铋属于重要的有色金属基础原料，铋精矿是伴生矿物选冶过程中的重要固体副产物。铋精矿中不仅含有大量的铋、铅、铜、金、银等有价金属，还含有硫、砷、镉等有害元素。YS/T 240-202X 《铋精矿化学分析方法》描述了铋精矿中主要元素和主要杂质元素含量的化学分析方法。

YS/T 240-202X 《铋精矿化学分析方法》由12个部分构成。

——第1部分：铋含量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第2部分：铅含量的测定 Na2EDTA滴定法和火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：二氧化硅含量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法；

——第4部分：三氧化钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第5部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；

——第6部分：铁含量的测定 重铬酸钾滴定法；

——第7部分：硫含量的测定 燃烧-中和滴定法；

——第8部分：砷含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和DDTC-Ag分光光度法；

——第9部分：铜含量的测定 碘量法和火焰原子吸收光谱法；

——第10部分：三氧化二铝含量的测定 铬天青S光度法和Na2EDTA滴定法；

——第11部分：银含量和金含量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法；

——第12部分：铅、锌、铜、砷、锑和镉含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件的制定符合目前国内铋精矿生产的实际情况，能满足铋精矿生产企业有效提取其中的有价金属金和银、优化工艺流程的生产需求，便于贸易双方和第三方实验室采用统一的分析方法开展检测工作。本文件的制定有利于减少因检测方法差异造成的商业纠纷，具有很好的经济效益和社会效益。

铋精矿化学分析方法

第11部分：银含量和金含量的测定

火焰原子吸收光谱法和火试金法

警示——使用本文件的人员需有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了铋精矿中银和金含量的测定方法。

本文件适用于铋精矿中银和金含量的测定。方法1火焰原子吸收光谱法测定银，测定范围：50.0 g/t~10000.0 g/t；方法2火试金法测定金，测定范围：0.50 g/t~20.00 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 银含量的测定 火焰原子吸收光谱法

4.1 原理

试料用硝酸、高氯酸、盐酸分解，在硝酸-盐酸介质中，于火焰原子吸收光谱仪波长328.1 nm处，使用空气-乙炔火焰，测量银的吸光度，按标准曲线法计算银含量。

4.2 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实验室二级水。

4.2.1 氟化氢铵。

4.2.2 盐酸（*ρ*=1.19 g/mL）。

4.2.3 硝酸（*ρ*=1.42 g/mL）。

4.2.4 高氯酸（*ρ*=1.67 g/mL）。

4.2.5 银标准贮存溶液：称取0.100 0 g金属银（*w*Ag≥99.99%）于200 mL烧杯中，加入10 mL水，10 mL硝酸（4.2.3），加热至完全溶解，冷却至室温。移入1000 mL棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 µg银。

4.3 仪器设备

火焰原子吸收光谱仪，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：在与测量试液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 µm。

4.4.2 样品应在100 ℃~105 ℃烘干2 h，并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称取样品（4.4），精确至0.000 1 g。

**表1 试料质量、分取体积及补加盐酸体积**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 银含量  g/t | 试料量  g | 分取试液体积  mL | 补加盐酸（4.2.2）体积  mL |
| 50.0~1000.0 | 0.50 | - | - |
| ＞1000.0~2500.0 | 0.20 | - | - |
| ＞2500.0~10000.0 | 0.20 | 20.00 | 16 |

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（4.5.1）置于200 mL烧杯中，加入少量水润湿摇散，加入5 mL~10 mL硝酸（4.2.3），含硅高时加入0.2 g氟化氢 铵（4.2.1）盖上表面皿。加热溶解5 min，加入2 mL高氯酸（4.2.4），继续加热至冒烟，低温蒸至湿盐状，取下冷却。加入5 mL硝酸（4.2.3），加入20 mL盐酸（4.2.2），加热使盐类溶解，溶液澄清，取下冷却至室温，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.5.4.2 按表1分取试液体积于100mL容量瓶中，补加相应体积的盐酸，用水稀释至刻度，混匀。

4.5.4.3 使用空气-乙炔火焰，于火焰原子吸收光谱仪波长328.1 nm处，以水调零，测量试液中及随同试料空白的吸光度，从工作曲线上查出相应的银的质量浓度。

4.5.5 工作曲线的绘制

4.5.5.1 移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL银标准贮存溶液（4.2.5），分别置于一组100 mL容量瓶中，加入20 mL盐酸（4.2.2），用水稀释至刻度，混匀。

4.5.5.2 在与测量试液（4.5.4.1）相同条件下，选择曲线方程计算方法为“非线性过原点”或“二次曲线”，测量系列标准溶液的吸光度，以银的质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

4.6 试验数据处理

银的含量以质量分数*w*Ag计，数值以g/t表示，按公式（1）计算：

…………………………… （1）

式中：

*w*Ag——试料中银的质量分数，单位为克每吨（g/t）；

*ρ*1——试液中银的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ*0——空白溶液中银的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V*——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V*2——测定试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

*V*1——分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果表示到小数点后一位。

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，精密度试验原始数据参见附录A，在表2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或外延法求得：

表2 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w* Ag/（g/t） |  |  |  |
| *r*/（g/t） |  |  |  |

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测定值，精密度试验原始数据参见附录A，在表3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或外延法求得：

表3 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Ag/（g/t） |  |  |  |
| *R*/（g/t） |  |  |  |

5 金含量的测定 火试金法

5.1 原理

试料经配料、熔融，获得适当质量的含有贵金属的铅扣和易碎性熔渣。对熔渣进行二次试金，回收渣中残留的金。通过灰吹使金、银与铅扣分离，得到金银合粒。合粒经硝酸分解后，加入盐酸使金溶解，于火焰原子吸收光谱仪上波长242.8 nm处，测量金的吸光度，按标准曲线法计算金含量。

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实验室二级水。

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 二氧化硅，工业纯，粉状。

5.2.4 硼砂：工业纯，粉状。

5.2.5 氯化钠：工业纯，粉状。

5.2.6 淀粉：工业纯，粉状。

5.2.7 盐酸（*ρ*=1.19 g/mL）。

5.2.8 硝酸（*ρ*=1.42 g/mL）。

5.2.9 盐酸（1＋1）。

5.2.10 硝酸（1＋1）。

5.2.11 硝酸（1＋7）。

5.2.12 硝酸钾：分析纯，粉状。

5.2.13 盐酸-硝酸混合酸：3份盐酸加1份硝酸，混匀，现配现用。

5.2.14 金标准贮存溶液：称取0.1000 g金（*w*Au≥99.99%）于100 mL烧杯中，加入2 mL硝酸（5.2.8）和6 mL盐酸（5.2.7），盖上表面皿，加热至完全溶解，蒸至近干，取下稍冷，加入20 mL盐酸（5.2.9），用少量水冲洗杯壁及表面皿，煮沸溶解，取下冷却。将溶液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg金。

5.2.15 金标准溶液：移取5.00 mL金标准贮存溶液（5.2.14）于100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（5.2.9），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含50 µg金。

5.2.16 铋标准贮存溶液：称取1.0000 g铋（*w*Bi≥99.99%）于100 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.2.10）盖上表面皿，加热至完全溶解，取下稍冷，用少量水冲洗杯壁及表面皿，煮沸至驱尽氮的氧化物，取下冷却。将溶液移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铋。

5.2.17 铋标准溶液：移取5.00 mL铋标准贮存溶液（5.2.16）于100 mL容量瓶中，加入10 mL硝酸（5.2.8），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含50 µg铋。

5.2.18 硝酸银溶液（10 g/L）：称取 5.000 g银（*w*Ag≥99.99%），置于300 mL 烧杯中，加入20 mL 硝酸（5.2.10），低温加热至完全溶解，冷却至室温，移入500mL容量瓶中，用硝酸（5.2.10）洗涤烧杯，洗液合并入容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg银。

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 试金坩埚：材质为耐火粘土，容积为500 mL左右。

5.3.3 灰皿（骨灰灰皿或镁砂灰皿）：顶部内径约35 mm，底部外径约40 mm，高约30 mm，深约17 mm。

5.3.4 瓷坩埚：容积为30 mL。

5.3.5 铸铁模。

5.3.6 火焰原子吸收光谱仪，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：在与测量试液基本一致的溶液中，金的特征浓度应不大于0.2 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（不是“零浓度”标准溶液）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0.50%；

——工作曲线特性：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 μm。

5.4.2 样品应在100 ℃~105 ℃烘干2 h，并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样品（5.4），精确至0.001 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 还原力的测定

称取5 g试料（5.5.1）、30 g无水碳酸钠（5.2.1）、60 g氧化铅（5.2.2）、10 g二氧化硅（5.2.3）、10 g硼砂（5.2.4），以下按5.5.5.2操作。称量所得铅扣，按式（2）计算试料的还原力：

………… （2）

式中：

*F*——试料的还原力；

*m*1——铅扣质量，单位为克（g）；

*m*2——试料质量，单位为克（g）。

计算法

依据试料中硫含量，按式（3）计算还原力

………… （3）

式中：

*F*——试料的还原力；

——试料中硫的质量分数，%；

20——1 g硫可还原出约20 g铅扣的经验值。

5.5.5 测定

5.5.5.1 配料

表4 配料表

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 熔剂组分 | 无水碳酸钠（5.2.1） | 氧化铅（5.2.2） | 二氧化硅（5.2.3） | 硼砂（5.2.4） | 淀粉（5.2.6） | 硝酸钾（5.2.12） |
| 质量  g | 30 | 80 | 10 | 10 | m5 | m4 |

硝酸钾加入量按式（4）式（5）计算：

当*m*3*F*≥30时，

# ………… （4）

淀粉加入量按式（5）计算

当*m*3*F*<30时，

# ………… （5）

式中：

*m*4——硝酸钾加入量，单位为克（g）；

*m*5——淀粉加入量，单位为克（g）；

*m*3——试料的质量，单位为克（g）；

*F*——试样的还原力；

*12*——经验系数：1克淀粉可以还原12克铅。

将试料（5.5.1）及上述配料置于试金坩埚（5.3.2）中，搅拌均匀后，覆盖约10 mm厚的氯化钠（5.2.5）。需要根据金的预估含量，按照金银不大于1:5的比例，补加相当银量的硝酸银溶液（5.2.18），最大补银量不超过55 mg，再覆盖约10 mm氯化钠（5.2.5）。

5.5.5.2 熔融

将试金坩埚置于900℃~950℃的试金电炉（5.3.1）中，关闭炉门。在20 min~30 min内升温至1100 ℃，保温20 min后出炉。将坩埚平稳地旋动数次，并在铁板上轻轻敲击二、三下，小心将熔融物倒入已预热过且涂有深层机油的铸铁模（5.3.5）中。冷却后将铅扣与熔渣分离，将铅扣捶成立方体，称重（保持铅扣25 g~40 g）。收集熔渣保留铅扣。

5.5.5.3 灰吹

将铅扣放入已在900℃~950℃试金炉中预热20 min的灰皿（5.3.3）中，关闭炉门l min~2 min，待熔铅脱膜后，稍开炉门，同时控制炉温在880℃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，放置l min。取出冷却后，用镊子取出合粒置于瓷坩埚（5.3.4）中。

5.5.5.4 二次试金

将熔渣及灰皿粉碎后（粒度＜0.104 mm），按以下方法配料，进行二次试金：将熔渣和灰皿（全量）、50 g无水碳酸钠（5.2.1）、50 g氧化铅（5.2.2）、40 g二氧化硅（5.2.3）、40 g硼砂（5.2.4）、4 g淀粉（5.2.6）置于原试金坩埚中，搅拌均匀后，覆盖约10 mm厚氯化钠（5.2.5），以下按5.5.5.2~5.5.5.3进行。

注：若熔渣量大可更换为大体积试金坩埚，也可采用熔渣和灰皿分开二次试金，两个铅扣合在一起灰吹。

5.5.5.5 金银合粒的处理

将两次合粒放入30 mL瓷坩祸（5.3.4）中，加入5 mL硝酸（5.2.8），低温加热溶解至银粒溶解完全，加入20 mL盐酸（5.2.7），加热至金溶解完全，继续加热蒸发至4 mL~5 mL，取下冷却，视试料中金量稀释至10 mL~50 mL，混匀，静置过滤。

5.5.5.6 金含量的测定

使用空气—乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长242.8 nm处，以水调零，测量试液中及随同试料空白的吸光度。在工作曲线上查出相应的金的浓度。

5.5.6 工作曲线的配制

5.5.6.1 移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 ml、8.00 ml、10.00 mL金标准溶液（5.2.15）置于一组100 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸-硝酸混合酸（5.2.13），用水稀释至刻度，混匀。

5.5.6.2 使用空气—乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长242.8 nm处，以水调零，分别测量系列标准溶液的吸光度，减去系列标准溶液中“0”浓度溶液的吸光度，以金的质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.5.7 试验数据处理

金含量以金的质量分数*w*Au计，按式（6）计算，数值以g/t表示：

………… （6）

式中：

*w*Au——试料中金的质量分数，单位为克每吨（g/t）；

*ρ*2——试液中被测金的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ*3——空白溶液中金的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*m7*——氧化铅总量中金的空白值，单位为微克（µg）；

*V3*——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V4*——测定时试液的体积，单位为毫升（mL）；

*V5*——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

*m6——*试料的质量，单位为克（g）。

分析结果表示至小数点后两位。

5.6 精密度

5.6.1 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，精密度试验原始数据参见附录B，在表5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5数据采用线性内插法或外延法求得：

表5 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Au/（g/t） |  |  |  |
| *r*/（g/t） |  |  |  |

5.6.2 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，精密度试验原始数据参见附录B，在表6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6数据采用线性内插法或外延法求得：

表6 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Au/（g/t） |  |  |  |
| *R*/（g/t） |  |  |  |

6 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。

附 录 A

（资料性）

精密度试验原始数据

精密度数据是在2023年由13家实验室对银含量的5个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的银含量在重复性条件下独立测定11次。测定的原始数据见表A.1。

表A.1 精密度试验原始数据