

中华人民共和国黄金行业标准

YS/T ××××-202×

火试金法测定金属矿石、精矿及相应物料中 银量的校正方法

第 2 部分：熔渣和灰皿回收法

A correction method of determining the silver content in metal ores,
concentrates and related materials by fire assaying—

Part 2: Slag and cupel recovery method

(征求意见稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

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。

本文件为YS/T ××××—202×《火试金法测定金属矿石、精矿及相应物料中银量的校正方法》的第2部分。YS/T ××××—202×包括以下三个部分：

- 第1部分：全流程回收率法；
- 第2部分：熔渣和灰皿回收法；
- 第3部分：熔渣回收和灰吹校准法。

本文件由中国黄金协会提出。

本文件由全国黄金标准化技术委员会（SAC/TC 379）归口。

本文件起草单位：长春黄金研究院有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、深圳市金质金银珠宝检验研究中心有限公司、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司、北矿检测技术有限公司、河南豫光金铅股份有限公司检测中心、灵宝黄金集团股份有限公司黄金冶炼分公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、国投金城冶金有限责任公司

本文件主要起草人：陈永红、赵可迪、李正旭、马丽军、苏本臣、黄富英、钟康祥、林英玲、杨佩、王德雨、谢飞、刘秋波、孔令政、张雷战、彭占石、朱延胜、张艳峰、栾海光、崔亚军

引 言

火试金法是银富集及分析的重要手段，广泛地应用国内外的地质、矿山、金银冶炼厂等。YS/T ××××《火试金法测定金属矿石、精矿及相应物料中银量的校正方法》旨在解决火试金分析过程中，银的损失问题，方法适用范围广、可操作性强，为火试金方法银补正问题提供了科学合理的解决方案。YS/T ××××由三个部分构成。

- 第1部分：全流程回收率法。目的在于规定金属矿石、精矿及相应物料的银修正比率的测定方法。
- 第2部分：熔渣和灰皿回收法。目的在于规定金属矿石、精矿及相关冶金物料的银修正值的测定方法。
- 第3部分：熔渣回收和灰吹校准法。目的在于规定金属矿石、精矿及相应物料的银修正比率的测定方法。

YS/T ××××《火试金法测定金属矿石、精矿及相应物料中银量的校正方法》采用不同方法来修正火试金分析方法测定金属矿石、精矿及相关冶金材料中银的含量，不同于现有标准化文件的补正方式，提高了检测准确性，也为今后相应标准化文件的起草提供了科学依据。

火试金法测定金属矿石、精矿及相应物料中银量的校正方法

第 2 部分：熔渣和灰皿回收法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有的安全问题，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

本文件规定金属矿石、精矿及相关冶金物料的银修正值的测定方法。
本文件适用于金属矿石、精矿及相关冶金物料的银修正值的测定。

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 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433界定的术语和定义适用于本文件。

3.1

实验室样品 laboratory sample

为送交实验室供检验或测试而制备的样品。

[来源：GB/T 17433—2014，2.3.2.1]

3.2

试样 test sample

由实验室样品进一步制得的，可进行称量的样品。

[来源：GB/T 17433—2014，2.3.2.2]

3.3

试料 test portion

用以进行检验或观测所称取的一定量的试样。

[来源：GB/T 17433—2014，2.3.2.3]

4 原理

收集试料经熔融后的熔渣以及灰吹后的灰皿，研磨处理成二次试样。再经过火试金重法或原子吸收光谱法测定二次试样中的银量值，进而对试验中的银量进行补正。

5 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去离子水或相当纯度的水。

- 5.1 碳酸钠：工业纯，粉状。
- 5.2 硼砂：工业纯，粉状。
- 5.3 面粉。
- 5.4 氧化铅：工业纯，粉状。金量 <0.02 g/t，银量 <0.5 g/t。
- 5.5 二氧化硅：工业纯，粉状。
- 5.6 纯银 ($\omega_{\text{Ag}} \geq 99.99\%$)。
- 5.7 覆盖剂 (2+1)：两份碳酸钠 (5.1) 与一份硼砂 (5.2) 混匀。
- 5.8 盐酸 ($\rho=1.19$ g/mL)。
- 5.9 硝酸 ($\rho=1.42$ g/mL)。
- 5.10 高氯酸 ($\rho=1.67$ g/mL)。
- 5.11 氢氟酸 ($\rho=1.13$ g/mL)。
- 5.12 冰乙酸 ($\rho=1.05$ g/mL)。
- 5.13 乙酸溶液 (1+3)。
- 5.14 盐酸溶液 (3+17)。
- 5.15 银标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 纯银 (5.6)，置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸，加热至完全溶解，煮沸驱除氮的氧化物，取下冷却，用不含氯离子的水移入 1 000 mL 棕色容量瓶中，加入 30 mL 硝酸，用不含氯离子的水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.500 mg 银。
- 5.16 银标准溶液：移取 10.00 mL 银标准贮存溶液，于 500 mL 棕色容量瓶中，加入 10 mL 硝酸，用不含氯离子的水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 银。

6 仪器设备

- 6.1 坩埚：材质为耐火黏土，容积约为 300 mL 或保证放置试料深度不超过坩埚深度的 3/4。
- 6.2 灰皿：镁砂。
- 6.3 铸铁模。
- 6.4 粉碎机。
- 6.5 熔融电炉：最高加热温度不低于 1 200 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.6 灰吹电炉：最高加热温度不低于 1 000 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.7 电热板。
- 6.8 天平：感量不大于 0.01 g。
- 6.9 天平：感量不大于 0.001 mg。
- 6.10 容量玻璃器皿：A 级。
- 6.11 火焰原子吸收光谱仪：附银空心阴极灯。

在火焰原子吸收光谱仪最佳条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

——灵敏度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，银的特性浓度应不大于 0.034 $\mu\text{g/mL}$ 。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量 11 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%；用最低浓度的标准溶液（不是“零”标准溶液）测量 11 次吸光度，其标准偏差应不超过标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——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 0.8。

7 试样

- 7.1 收集熔融后的熔渣及灰吹后的灰皿，称量精确至 0.01 g。
 7.2 将熔渣和灰皿放入粉碎机（6.4）中粉碎至粒度不大于 150 μm，充分混匀。
 7.3 试样应在 100 °C~105 °C 烘干 1 h 后，置于干燥器中冷却至室温。

8 重量法测定银的修正值

8.1 试验步骤

8.1.1 试料

采用镁砂灰皿时，称样量为 70 g，精确至 0.01 g，独立地进行两次测定，结果取其平均值。采用骨灰灰皿时，称样量为全量，精确至 0.01 g。

8.1.2 配料

称量 40 g 氧化铅（5.4）、30 g 碳酸钠（5.1）、25 g~28 g 二氧化硅（5.5）、25 g~28 g 硼砂（5.2）、4 g 面粉（5.3）。将试剂和试料（8.1.1）放入坩埚（6.1）中混匀并盖上厚度约为 10 mm 的覆盖剂（5.7）。

8.1.3 空白实验

随同试料做空白实验，试剂加入量与试料相同。

8.1.4 熔融

将坩埚置于炉温为 800 °C 的熔融电炉（6.5）内，关闭炉门，升温至 930 °C，保温 15 min，再升温至 1 100 °C~1 200 °C，保温 10 min 后出炉。将熔融物缓慢倒入预热的铸铁模（6.3）中。冷却后，把铅扣与熔渣分离，得到质量约为 40 g 的铅扣并将铅扣锤成立方体。

8.1.5 灰吹

将铅扣放入已在 950 °C 灰吹电炉（6.6）中预热 20 min 的灰皿（6.2）中，控制灰吹电炉（6.6）温度 880 °C，在稳定的气流下进行灰吹。灰吹结束后用小镊子将合粒从灰皿中取出，刷去粘附杂质，置于 30 mL 瓷坩埚中，加入 10 mL 乙酸溶液（5.13），置于低温电热板上，保持近沸，并蒸至约 5 mL，取下冷却，倾出液体，用热水洗涤三次，放在电炉上烘干，取下冷却并称量，精确至 0.001 mg。

8.2 试验数据处理

8.2.1 按公式（1）计算银修正值：

$$m_1 = \frac{m(m_3 - m_4)}{m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- m_1 ——修正值，单位为毫克（mg）；
 m ——全部熔渣和灰皿的质量，单位为克（g）；
 m_3 ——所得合粒质量，单位为毫克（mg）；
 m_4 ——试剂空白，单位为毫克（mg）；
 m_2 ——试料质量，单位为克（g）。
 银修正值精确到 0.001 mg 并记录。

8.2.2 在原有的火试金分析方法上进行修正，将修正值加到未经修正的金银合粒上，经过修正的值用于金银合粒的最终计算。

9 火焰原子吸收光谱法测定银的修正值

9.1 试验步骤

9.1.1 试料

称取 1.00 g 试样，精确至 0.000 1 g。
独立地进行两次测定，结果取其平均值。

9.1.2 空白实验

随同试料做空白试验。

9.1.3 测定

9.1.3.1 将试料 (9.1.1) 置于 250 mL 烧杯中，加少量水润湿，加入 15 mL 盐酸 (5.8)，加热 3 min~5 min，取下加入 10 mL 硝酸 (5.9)，加入 5 mL 高氯酸 (5.10)，加入 3 mL 氢氟酸 (5.11) 继续加热至高氯酸冒浓白烟，蒸至湿盐状，取下冷却。加入少量盐酸 (5.8) 和水，加热使盐类溶解。

9.1.3.2 将试液移入到适宜容量瓶中，用盐酸溶液 (5.14) 稀释至刻度，混匀。静置澄清。

当溶液浑浊时，溶液应进行离心或过滤，澄清后测定。

9.1.3.3 于火焰原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处，用试料空白调零，测量吸光度，扣除背景吸收，自标准曲线上查出相应银的质量浓度。

9.1.3.4 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 银标准溶液 (3.16)，分别置于一组 100 mL 容量瓶中，用盐酸溶液 (3.14) 稀释至刻度，混匀。以试剂空白调零，测量吸光度。以银的质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

9.1.3.5 根据标准曲线查出空白和试样的测量结果，并以 ug/mL 为单位记录银的结果。

9.2 试验数据处理

9.2.1 按公式 (2) 计算试样银含量：

$$\omega = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V}{m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- ω ——试样银含量，单位为微克每克 (ug/g)；
- ρ_1 ——试样在分析溶液中的浓度，单位为微克每毫升 (ug/mL)；
- ρ_0 ——空白溶液中的银浓度，单位为微克每毫升 (ug/mL)；
- V ——定容体积，单位为毫升 (mL)；
- m_2 ——试料质量，单位为克 (g)。

分析结果表示至小数点后一位。

9.2.2 按公式 (3) 计算银修正质量：

$$m_1 = \frac{m \cdot \omega}{1000} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- m_1 ——修正值，单位为毫克 (mg)；

m ——熔渣和灰皿的总质量，单位为克（g）；

ω ——试样中的银含量，单位为微克（ $\mu\text{g/g}$ ）；

银修正值质量精确到 0.001 mg 并记录。

9.2.3 在原有的火试金分析方法上进行修正，将两个修正值的平均值加到未经修正的金银合粒上，经过修正的值用于金银合粒的最终计算。
