

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 3 部分：熔渣回收和灰吹校准法

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

Part 3: Slag recovery and cupellation calibration 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3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、深圳市金质金银珠宝检验研究中心有限公司、北矿检测技术有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司、济源市万洋冶炼（集团）有限公司、山东国大黄金股份有限公司、云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司、招金矿业股份有限公司金翅岭金矿

本文件主要起草人：陈永红、赵可迪、芦新根、孟宪伟、王立臣、杨佩、方迪、吴银来、林翠芳、张文轩、卢布、杜翔、吕文先、徐忠敏

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 3 部分：熔渣回收和灰吹校准法

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

本文件规定了金属矿石、精矿及相应物料的银修正比率的测定方法。

本文件适用于金属矿石、精矿及相应物料的银修正比率的测定（含铂族元素及铋的样品除外）。

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

在火试金试验过程中，将初次熔融和收渣熔融获得的铅扣收集，共同放置在同一灰皿中灰吹。确保银损失全部是由灰吹过程造成。再通过同一环境下纯银在灰吹过程中的损失值，来确定试料灰吹过程的银修正值，进而对试样银量进行修正。

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 玻璃粉：粒度 ≤ 0.18 mm。
- 5.4 面粉。
- 5.5 氧化铅：工业纯，粉状。金量 < 0.02 g/t，银量 < 0.5 g/t。
- 5.6 覆盖剂（2+1）：两份碳酸钠（5.1）与一份硼砂（5.2）混匀。
- 5.7 纯银（ $\omega_{Ag} \geq 99.99\%$ ）。
- 5.8 铅箔（ $\omega_{Pb} \geq 99.99\%$ ）：厚度约 0.1 mm，金量 < 0.02 g/t，银量 < 0.5 g/t。
- 5.9 冰乙酸（ $\rho = 1.05$ g/mL）。
- 5.10 乙酸溶液（1+3）。

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：镁砂或骨灰。容积由两次铅扣质量决定。
- 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 °C。
- 6.6 灰吹电炉：最高加热温度不低于 1 000 °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。

7 试样

- 7.1 试样粒度不大于 0.074 mm。
- 7.2 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 试验步骤

8.1 熔渣回收

- 8.1.1 通过火试金法获得待测试料的初始铅扣。并收集熔渣置于原坩埚中。
- 8.1.2 将熔渣（全量）、30 g 碳酸钠（5.1）、40 g 氧化铅（5.5）、10 g 硼砂（5.2）、10 g 玻璃粉（5.3）、2.0 g 面粉（5.4）置于原坩埚中，搅拌均匀后，覆盖约 10 mm 厚的覆盖剂（5.6）。
- 8.1.3 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，将铅扣锤成立方体。

8.2 灰吹补正

8.2.1 称量两份纯银（5.7），质量与试料中银的预期质量接近；若试料中银的质量未知，可采用火试金重量法对样品银含量进行预测定，根据预测值称量相同质量的纯银两份，或称量 10 mg~40 mg 以及 90 mg~120 mg 的纯银各两份，质量均精确到 0.001 mg。用铝箔（5.8）包裹，铝箔的质量应近似于 8.1.1 和 8.1.3 收集的铅扣的质量和，并用锤子将其在砧板上砸成立方体铅扣。

8.2.2 随同纯银做铝箔空白试验，其质量与纯银所用铝箔质量相同，随试料的铅扣进行灰吹，收集银粒并称量。

8.2.3 将灰皿（6.2）在灰吹电炉（6.6）中于 950 °C 进行预热，将试料的二次熔融铅扣（8.1.3）与初次熔融铅扣（8.1.1）放入同一个灰皿中。将砸好的含纯银的立方体铅扣放在待测试料灰皿两侧的灰皿中。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（5.10），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。

9 试验数据处理

按公式（1）计算银修正比率 ρ ：

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

式中：

ρ ——银修正比率；

m_1 ——灰吹后银粒质量，单位为毫克（mg）；

m_2 ——空白试验中银的质量，单位为毫克（mg）；

m ——初始纯银质量，单位为毫克（mg）。

分析结果精确到 0.000 1。

平行两遍的纯银修正比率差值不得超过 0.008 0。

测得试料中的银质量除以两次银修正比率平均值即得到校正后的银质量。优先选用质量与试料中银质量近似的纯银修正比率进行修正；若试料中银质量未知，选取质量与试料中银质量临近的纯银修正比率进行修正。若试料的银金比例不足 3：1，用相同比例及质量的金银代替纯银，进行修正。