q

**ICS 77.120.99**

**H 68**

 YS/T XXX-201X

粗银化学分析方法 第3部分：金含量的测定

火试金富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of crude silver－

Part3：Determination of gold content－

 Fire assay collection- inductively coupled plasma atomic emission spectrometry method

201X－XX－XX 发布 201X－XX－XX实施

**中华人民共和国工业和信息化部** 发布

前言

YS/T 955-201X《粗银化学分析方法》分为3个部分：

——第1部分：银量的测定 火试金重量法；

——第2部分：钯量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：金含量的测定 火试金富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为YS/T955的第3部分。

本部分按照GB/T1.1-2009给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本部分起草单位：广东省工业分析检测中心、杭州富春江冶炼有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、北矿检测技术有限公司、贵研铂业股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、河南豫光金铅股份有限公司、江西铜业股份有限公司、江西省汉氏贵金属有限公司、铜陵有色稀贵金属分公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、郴州市金贵银业股份有限公司。

本部分主要起草人：

粗银化学分析方法 第3部分：

金含量的测定

火试金富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法

**1范围**

本方法规定了粗银中金含量的测定方法。

本方法适用于粗银中金含量的测定。测定范围：50.0 g/t～800.0g/t。

**2方法提要**

采用火试金包铅灰吹，分离粗银中的除贵金属外杂质，金富集于合粒中。合粒经硝酸、盐酸分解,氯化银沉淀分离银。在稀盐酸介质中使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定试液中金的质量浓度，计算金量。

**3 试剂和材料**

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯或更高纯度的试剂和二级水。

**3.1** 无水碳酸钠：工业纯，粉状。

**3.2** 氧化铅：工业纯，粉状（*w*Au≤0.02g/t）。

**3.3** 硼砂：工业纯，粉状。

**3.4** 二氧化硅：工业纯，粉状。

**3.5** 无水硫酸钠：工业纯，粉状。

**3.6** 淀粉：工业纯，粉状。

**3.7** 铅箔:纯铅(*ω*Pb≥99.99%)厚度约0.1mm。

**3.8** 盐酸（*ρ=*1.19g/mL）。

**3.9** 硝酸（*ρ=*1.42g/mL）。

**3.10** 冰乙酸（*ρ=*1.42g/mL）。

**3.11** 硝酸（1+7）：1单位体积的硝酸（3.9）与7单位体积的水混合均匀。

**3.12**乙酸（1+3）：1单位体积的冰乙酸（3.10）与3单位体积的水混合均匀。

**3.13** 盐酸（5+95）：5单位体积的盐酸（3.8）与95单位体积的水混合均匀。

**3.14** 混合酸：3份盐酸(3.8)加1份硝酸(3.9)混匀，现用现配。

**3.15**氯化钠溶液（200g/L）。 **3.16** 金标准贮存溶液：称取0.1000g金片（*w*Au≥99.99%）于250 mL烧杯中，加入10mL混合酸(3.14)，盖上表面皿。低温加热溶解，加入5滴氯化钠溶液(3.15)，于水浴上蒸至近干，加入10mL盐酸(3.8)溶解，移入100mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液中金含量为1mg/1mL。

**3.17** 金标准溶液：移取10.00mL金标准贮存溶液（3.16）于100mL容量瓶中，加10mL盐酸(3.8)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100μg金。

**4 仪器设备**

**4.1**  试金电炉：最高加热温度为1350℃。

**4.2**  箱式电炉：最高加热温度为1000℃。

**4.3** 试金坩埚：材质为耐火粘土，容积不少于300mL。

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

制法：水泥（425#）、镁砂（85%通过200目筛）按质量比（15：85），再加入少量水搅和均匀，在灰皿模上压制成型，阴干两个月后备用。

**4.5** 铸铁模。

**4.6** 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——分辩率：200nm左右时的光学分辨率不大于0.010nm；400nm左右时的光学分辨率不大于0.020nm。

——仪器稳定性：在仪器的最佳工作条件下，用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量11次，其发射强度的相对标准偏差不超过2.5%。

**5分析步骤**

5.1 试料

称取0.40g试样，精确至0.0001g。

5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1灰吹

试料(5.1)包裹于6g～9g铅箔中，放入已在900℃箱式电炉（4.2）中预热20min～30min的灰皿中，关闭炉门1 min～2min，待熔铅脱膜后半开炉门，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。将灰皿移至炉门口，稍冷后放入灰皿盘中。冷却后从灰皿中取出合粒，置于100mL烧杯中，灰皿留作补正用。

5.4.2金的补正

将粉碎后的灰皿放入试金坩埚中，加入40g碳酸钠（3.1）、25g二氧化硅（3.4）、25g硼砂（3.3）、150g氧化铅（3.2）、并加入3.5g淀粉（3.6），搅拌均匀，覆盖约10mm厚的无水硫酸钠(3.5)。将坩埚置于炉温为950℃的试金电炉（4.1）内，关闭炉门，在45min~60min升温至1100℃，保温10min后出炉，将坩埚平稳地旋动数次，并在铁板上轻轻敲击2～3下，使附着在坩埚壁上的铅珠下沉，小心将熔融物倒入已预热且涂有深层机油的铸铁模中。冷却后使铅扣与熔渣分离，将铅扣锤成立方体。以下按分析步骤5.4.1进行。取出灰皿中的合粒，置于100mL烧杯(5.4.1)中。

5.4.3溶解

加10mL乙酸（3.12）于放置合粒的100mL烧杯中，加热微沸，待杂质溶解后，用水洗净合粒。将合粒放回原烧杯中，加入15mL热硝酸（3.11），盖上表面皿，于电热板上加热，保持近沸，待银溶解完全。取下稍冷，用水吹洗表面皿，小心倾出分金溶液于200mL烧杯中，用水洗涤烧杯及金粒3次，洗涤液合并于分金液中。加入10mL混合酸(3.14)溶解金粒，加热至金粒完全溶解。将溶液转移至装有分金溶液及洗涤液的200mL烧杯中，盖上表面皿，低温加热，摇散氯化银沉淀，蒸至2mL～3 mL。取下冷却至室温，用盐酸（3.13）吹洗表面皿，按照表1将溶液与沉淀移入相应容量瓶，以盐酸（3.13）稀释至刻度，混匀。静置至溶液澄清。

表1 定容体积

|  |  |
| --- | --- |
| 金的质量分数/(g/t) | 定容体积/mL |
| 50～100 | 50 |
| >100～800 | 100 |

5.4.4测定

在电感耦合等离子体原子发射光谱仪最佳工作条件下，选定金的推荐分析谱线267.595nm，以水调零，测定试液（5.4.3）及随同试料空白溶液中金的发射强度，由工作曲线计算出金的质量浓度。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1移取0mL、0.40mL、1.00mL、2.00mL、3.00mL、4.00mL金标准溶液（3.17）于一组100mL容量瓶中，加入5mL盐酸(3.8)，用水稀释至刻度，混匀。

5.5.2在最佳仪器工作条件下，选定金的推荐分析谱线267.595nm，以水调零，测定标准溶液的发射强度，减去“零”浓度溶液的强度。以金的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

6 **试验数据处理**

金含量以金的质量分数*w*Au计，数值以g/t表示，按公式（1）计算：

…………………………………………（1）

式中：

*ρ*——试液中金的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ*0——空白试验中金的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V*——试液定容体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

 计算结果表示至小数点后一位。

**7精密度**

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，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或外延法求得。

表2 重复性限

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

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，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或外延法求得。

表 3 再现性限(

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

8 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

试样；

使用的标准（YS/T 955.3-201X）；

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。