



中华人民共和国国家标准

GB 8152.9~8152.10—89

铅精矿化学分析方法 火试金法测定金量和银量 火焰原子吸收分光光度法测定银量

Methods for chemical analysis of lead concentrates—
The fire-assaying methods for the determination of
gold and silver content—
Determination of silver content—
Flame atomic absorption spectrophotometric method

1989-03-31发布

1990-03-01实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

铅精矿化学分析方法 火试金法测定金量和银量

GB 8152.9—89

Methods for chemical analysis of lead concentrates—
The fire-assaying methods for the determination
of gold and silver content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了铅精矿中金量和银量的测定方法。

本标准适用于铅精矿中金量和银量的测定。测定范围：金0.5~40 g/t；银100~5 000 g/t。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法提要

试样与适当的熔剂熔融的同时，以铅捕集金、银并利用其比重悬殊与杂质分离，通过灰吹使金、银与铅分离，利用金不溶于硝酸的性质使金、银分离。用重量法测定金，容量法测定银。

4 试剂

4.1 二氧化硅(工业纯)，粉状。

4.2 硼砂(工业纯)，粉状。

4.3 无水碳酸钠(工业纯)，粉状。

4.4 氧化铅(工业纯)：金含量小于0.000 005%，银含量小于0.000 05%。

4.5 硝酸钾(工业纯)，粉状。

4.6 氯化钠(工业纯)，粉状。

4.7 淀粉(工业纯)。

4.8 金属银(99.99%)。

4.9 金属铅箔：含铅大于99.9%，含银小于0.000 05%。

4.10 硝酸(1+1)，不含氯离子。

4.11 硝酸(1+5)，不含氯离子。

4.12 硫酸铁铵指示剂(30%)：称取30 g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶于80 mL 水中，用脱脂棉过滤，加20 mL 硝酸(4.10)。

4.13 硫氰酸钾标准溶液：

4.13.1 甲溶液(约0.03 mol/L)：此溶液用于银含量大于1 500 g/t 时使用。

称取3 g 硫氰酸钾，置于400 mL 烧杯中，加水溶解，移入1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

静置一周后过滤,标定。

标定:称取三份60.00 mg 金属银(4.8),分别置于瓷坩埚(5.9)中,加20 mL 硝酸(4.11),微热至银溶解完全,驱除氮的氧化物,加0.5 mL 硫酸铁铵指示剂(4.12),用硫氰酸钾标准溶液(4.13.1)滴定至微红色为终点。

4.13.2 乙溶液(约0.015 mol/L):此溶液用于银含量100~1 500 g/t时使用。

取静置一周后过滤的甲溶液(4.13.1)稀释一倍后标定。

标定:称取三份30.00 mg 金属银(4.8),分别置于瓷坩埚(5.9)中,加20 mL 硝酸(4.11),微热至银完全溶解并驱除氮的氧化物,加0.5 mL 硫酸铁铵指示剂(4.12),用硫氰酸钾标准溶液(4.13.2)滴定至微红色为终点。

按公式(1)计算硫氰酸钾标准溶液对银的滴定度:

$$T = \frac{m_0}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中: T ——硫氰酸钾标准溶液对银的滴定度,mg/mL;

m_0 ——称取金属银的质量,mg;

V ——滴定消耗硫氰酸钾标准溶液的体积,mL。

取三份标定结果的平均值。三份标定结果的极差值,甲溶液不应大于0.015 mg/mL,乙溶液不应大于0.007 5 mg/mL。

5 仪器设备与材料

5.1 天平(感量0.001 mg)。

5.2 天平(感量0.01 mg)。

5.3 天平(感量0.01 g)。

5.4 天平(感量0.1 g)。

5.5 箱式电炉:最高使用温度1350℃。

5.6 箱式电炉:最高使用温度950℃。

5.7 灰皿(高45 mm,外径40 mm,内径35 mm,深17 mm):将锻烧镁砂(含氧化镁大于83%,粒度—0.177~0.149 mm)与硅酸盐水泥(标号425以上)按85:15的重量比混匀,加适量(约10%)的水,压制成灰皿,自然干燥两月后使用。

5.8 瓷坩埚:容积30 mL。

5.9 瓷坩埚:容积50 mL。

5.10 耐火粘土坩埚:容积约为400 mL。

6 试样

6.1 试样粒度小于0.088 mm。

6.2 试样在100~105℃烘1 h,置于干燥器中冷至室温。

7 分析步骤

7.1 测定试样的还原力:称取5.0 g 试样、10 g 无水碳酸钠(4.3)、60 g 氧化铅(4.4)、5 g 硼砂(4.2)、3 g 二氧化硅(4.1)于耐火粘土坩埚(5.10)中,混匀,覆盖10 mm 厚的氯化钠(4.6),以下按7.4.2条操作。试样还原力按式(2)计算:

$$\text{试样还原力} = \frac{\text{铅扣的质量(g)}}{\text{试样量(g)}} \dots\dots\dots (2)$$

7.2 试样量

根据铅精矿的组成和还原力确定试样量,称取量一般为15.00~25.00 g。

7.3 空白试验

每批氧化铅都要测定金、银的含量,每次取三份氧化铅平行进行测定,取其平均值。

测定方法:称取200 g 氧化铅(4.4)、40 g 无水碳酸钠(4.3)、20 g 二氧化硅(4.1)、20 g 硼砂(4.2)、3 g 淀粉(4.7)。以下按7.4.1~7.4.6条进行。

7.4 配料:按下列原则计算各种试剂的加入量。

无水碳酸钠(4.3)用量:试样量 $\times$ 1.5。

氧化铅(4.4)用量:试样量 $\times$ 试样的还原力 $\times$ 1.1(按此计算后氧化铅用量不能少于80 g)。

二氧化硅(4.1)用量:(氧化铅量+试样中含铅量-30) $\div$ 7。

硼砂(4.2)用量:试样量 $\times$ 0.5。

硝酸钾(4.5)用量:(试样量 $\times$ 试样的还原力-30) $\div$ 4。

淀粉(4.7)用量:(30-试样量 $\times$ 试样的还原力) $\div$ 12。

7.4.1 将试样(7.2)及上述配料(7.4)置于耐火粘土坩埚(5.10)中,搅拌均匀后,覆盖约10 mm 厚的氯化钠(4.6)。

7.4.2 熔融:使箱式电炉(5.5)升温至850~1 000℃。将坩埚放入炉内排列整齐,关闭炉门。在60 min 内升温至1 100℃。保温5 min 后出炉。将坩埚平稳地旋转数次,并在铁板上轻轻敲击二、三下,小心将熔融物倒入已烘干并涂有薄层机油的铁模中。冷却后将熔渣与铅扣分离,铅扣捶成立方体,称重(保持铅扣25~40 g)。

7.4.3 灰吹:将灰皿(5.7)整齐放入箱式电炉(5.6)中,升温至900℃并保持20 min。将铅扣按顺序放入灰皿中,关闭炉门约2 min,待熔铅脱膜后立即稍开炉门,使温度迅速降至855℃($\pm$ 10℃)灰吹,当合粒出现闪光点灰吹即告结束。5 min 后将灰皿逐步移出炉外(此时灰皿外侧应有较多的羽毛状氧化铅),稍冷后放入灰皿盘中。

7.4.4 分金:用尖镊子将合粒从灰皿中取出,刷净合粒表面粘附物,在小钢砧上捶成薄片,置于瓷坩埚(5.8)中,加入20 mL 近沸的硝酸(4.11),于沸水浴上溶解30 min,待银完全溶解后取下坩埚。将溶液移入瓷坩埚(5.9)中,用热水洗涤坩埚(5.8)及金粒两次,将洗液并入坩埚(5.9)中(控制溶液总体积不超过25 mL)。

7.4.5 金量的测定:将坩埚(5.8)放在电热板上烘干,在600℃灼烧5 min,冷至室温。于天平(5.1)上称金粒质量。

7.4.6 银量的测定:向盛有分金后溶液的坩埚(5.9)中加0.5 mL 硫酸铁铵指示剂(4.12),用硫氰酸钾标准溶液(4.13)滴定至微红色为终点。

7.4.7 银量的补正

7.4.7.1 补正范围:Ag $\geq$ 1 500 g/t 时采用7.4.7.2条进行。

7.4.7.2 补正方法:称取相当于试样含银量的金属银(4.8)三份,用30 g 金属铅箔(4.9)包裹成最小体积,按以下分布方法置于灰皿中:第一排左边,第二排中间,第三排右边,以下按7.4.3条进行后用尖镊子将银粒从灰皿中取出,刷净银粒表面粘附物,在小钢砧上捶成薄片,置于瓷坩埚(5.9)中,加入20 mL 硝酸(4.11),于沸水浴上溶解30 min,待银完全溶解后取下坩埚。加0.5 mL 硫酸铁铵指示剂(4.12),用硫氰酸钾标准溶液(4.13)滴定至微红色为终点。

按公式(3)计算银的补正系数:

$$b = \frac{T \cdot V_1}{m_1} \dots\dots\dots (3)$$

式中: b ——银补正系数;

T ——硫氰酸钾标准溶液对银的滴定度,mg/mL;

V_1 ——滴定消耗硫氰酸钾标准溶液的体积,mL;

m_1 ——金属银的质量,mg。

取三份结果平均值,如银修正系数小于0.985或大于1.00,试样及修正系数必须重做。

8 分析结果的计算

按公式(4)计算金量:

$$\text{Au(g/t)} = \frac{m_2}{m_3} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: m_2 ——金粒质量,mg;

m_3 ——试样量,g。

按公式(5)计算银量:

$$\text{Ag(g/t)} = \frac{T \cdot V_2 - m_4}{m_3 \cdot b} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: T ——硫氰酸钾标准溶液对银的滴定度,mg/mL;

V_2 ——滴定消耗硫氰酸钾标准溶液的体积,mL;

m_4 ——氧化铅中银的质量,mg;

m_3 ——试样量;

b ——银的修正系数。

分析结果金表示到小数点后第二位,银表示到小数点后第一位。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值,金应不大于表1所列允许差,银应不大于表2所列允许差。

表 1

g/t

金 量	允 许 差
0.50~1.00	0.35
>1.00~2.00	0.50
>2.00~4.00	1.00
>4.00~8.00	1.50
>8.00~10.00	2.00
>10.00~15.00	2.50
>15.00~20.00	3.00
>20.00~30.00	3.50
>30.00~40.00	4.00

表 2		g/t
银 量	允 许 差	
100.0~150.0	15.0	
>150.0~300.0	25.0	
>300.0~600.0	40.0	
>600.0~1 000.0	50.0	
>1 000.0~1 500.0	60.0	
>1 500.0~2 000.0	70.0	
>2 000.0~2 500.0	80.0	
>2 500.0~3 000.0	90.0	
>3 000.0~3 500.0	100.0	
>3 500.0~4 000.0	110.0	
>4 000.0~5 000.0	125.0	

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所提出。
本标准由北京矿冶研究总院技术归口。
本标准由株洲冶炼厂负责起草。
本标准由湖南有色金属研究所、沈阳冶炼厂共同起草。
本标准主要起草人刘泉舜、冯守仁、薛世纯。
自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 495—75《铅精矿化学分析方法》作废。