

ICS 77.120.99

CCS H 13

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX. 2—20XX

粗锑化学分析方法

第2部分：金含量的测定 火试金重量法

Methods for chemical analysis of crude antimony —

Part 2: Determination of gold content

Fire assay gravimetric method

(报批稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

## 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 XXXX《粗铋化学分析方法》的第2部分。

YS/T XXXX《粗铋化学分析方法》已发布3个部分：

——第1部分：铋含量的测定 硫酸铋滴定法；

——第2部分：金含量的测定 火试金重量法；

——第3部分：砷、铅、铜、硒和铁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

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。

本文件负责起草单位：锡矿山闪星铋业有限责任公司、长沙矿冶研究院有限公司。

本文件起草单位：锡矿山闪星铋业有限责任公司、湖南辰州矿业有限责任公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、长沙矿冶研究院有限公司、水口山有色金属集团有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、紫金铜业有限公司、昆明冶金研究院有限公司、北矿检测技术有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、白银有色集团股份有限公司、金隆铜业有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、广东省科学院工业分析检测中心。

本文件主要起草人：宋应球、谭文军、蔡清华、叶芳芳、栾海光、郭桓煜、罗永锋、李勇、邓渊民、张艳峰、熊方祥、郭园、彭培生、纪喜生、刘芳美、刘维理、杜浩、熊梅瑜、陈化玲、汪永红、符峙宗、阳兆鸿、肖红新、杨建兵、吕火秀、罗伟赋、胡军凯、王玉峰、潘良元、韦佩东、邱丽。

## 引言

铈在工业中有着广泛的用途，其中大部分用于橡塑阻燃协效剂、聚酯催化剂、玻璃澄清剂、合金产品、电子产品、军工产品等工业领域。在铈品市场贸易中，存在一种经铈反射炉、鼓风机、铈白炉等冶金炉火法熔炼及铈金复合矿湿法治炼等所得的半成品——粗铈，其中大部分含有不同量的金。产品标准 YS/TXXX—2021《粗铈》已于 XXX 发布实施，其中的主含量铈，杂质砷、铅、铜、硒、铁含量和计价元素金含量等必须测定。因此，需建立一套与之配套的化学分析方法标准。本标准已发布 3 个部分。

——第 1 部分：铈含量的测定 硫酸铈滴定法；

——第 2 部分：金含量的测定 火试金重量法；

——第 3 部分：砷、铅、铜、硒和铁含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件的制定是基于供需双方的需求，统一了粗铈化学分析方法。对于保证粗铈产品质量及减少供应商和客户之间因检测误差造成的商业纠纷具有重要作用。

# 粗锑化学分析方法

## 第 2 部分：金含量的测定

### 火试金重量法

#### 1 范围

本文件规定了粗锑中金含量的测定方法。

本文件适用于粗锑中金含量的测定。测定范围：5.00 g/t ~ 2000.0 g/t。

#### 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，仅该注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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 原理

试料与适量的熔剂熔融形成铅扣捕集贵金属，与进入易碎性熔渣的基体锑和杂质分离。通过灰吹使贵金属合粒与铅等贱金属分离。合粒经硝酸分金，用重量法测定。

#### 5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上纯度的试剂。

5.1 水，符合 GB/T 6682 中规定的实验室三级水及以上纯度的水。

5.2 碳酸钠，工业纯，无水，粉状。

5.3 氧化铅，工业纯，粉状，含金量小于 0.05 g/t。

5.4 二氧化硅，工业纯（质量分数 > 95%），粉状。

5.5 硼砂，工业纯，粉状。

5.6 淀粉，工业纯，粉状。

5.7 氯化钠，工业纯，粉状。

5.8 硝酸（ $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$ ），优级纯，不含氯离子。

5.9 硝酸（1+1）。

5.10 硝酸（1+7）。

5.11 硝酸银溶液（160 mg/mL），贮存于棕色瓶中。

## 6 设备与仪器

- 6.1 超微量天平：感量 0.001 mg。  
 6.2 试金电炉：最高加热温度 1350 ℃。  
 6.3 试金坩埚：材质为耐火粘土，容积 300 mL ~ 500 mL。  
 6.4 灰皿：镁砂灰皿或骨灰灰皿，顶部内径约 35 mm，底部外径约 40 mm，高约 30 mm，深约 17 mm。  
 6.5 瓷坩锅：容积 30 mL。  
 6.6 铸铁模：容积不小于 150 mL。

## 7 样品

- 7.1 样品粒度应不大于 0.100 mm。  
 7.2 样品应在 100 ℃ ~ 105 ℃ 烘干 1 h 后，置于干燥器中，冷却至室温。

## 8 试验步骤

### 8.1 试料

按表 1 称取样品（7），精确至 0.001 g。

表 1 试料质量

Au (质量分数) g/t	试料质量 g
5.00 ~ 200.00	10.00
> 200.00 ~ 2000.0	5.00

### 8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

### 8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

空白试验方法：称取 200 g 氧化铅（5.3）、40 g 碳酸钠（5.2）、20 g 二氧化硅（5.4）、10 g 硼砂（5.5）、3.0 g 淀粉（5.6）于试金坩埚（6.3）中，搅拌均匀，覆盖约 10 mm 厚的氯化钠（5.7），以下按 8.4.2、8.4.3、8.4.5 进行。

### 8.4 测定

#### 8.4.1 配料

按表 2 进行配料。将试料（8.1）及表 2 中配料熔剂放入试金坩埚（6.3）中，搅拌均匀，滴加适量硝酸银溶液（5.11），确保合粒中银金比例大于 3: 1，覆盖约 10 mm 厚的氯化钠（5.7）。

表 2 配料表

单位为克

试料质量	碳酸钠	氧化铅	二氧化硅	硼砂	淀粉
5.00	40	100	15	10	2.0
10.00	40	100	15	10	1.0

#### 8.4.2 熔融

将试金坩埚（8.4.1）置于已升温至 900 °C 的试金电炉（6.2）中，在 30 min 内使炉温升至 1000 °C，再在 20 min ~ 30 min 内升温至 1200 °C，保持 5 min，取出试金坩埚（8.4.1），平稳地旋转 2 次~3 次，轻敲两次，小心将熔融物倒入已烘干并涂有机油的铸铁模（6.6）中，冷却后将铅扣与熔渣分离，将铅扣锤成立方体，称重（保持铅扣质量 25 g ~ 35 g 之间）。熔渣保留在原坩埚用于二次试金。

#### 8.4.3 灰吹

将铅扣放入已在 950 °C 试金炉中预热 20 min 的灰皿中，关闭炉门 1 min ~ 2 min，待熔铅脱膜后，稍开炉门，同时保持炉温在 900 °C ~ 920 °C 进行灰吹，当合粒出现闪光点，灰吹即告结束，把灰皿移至炉门口，放置 1 min。从炉子取出灰皿冷却后，用镊子取出其中的合粒置于瓷坩埚（6.5）中。灰皿保留以备二次试金。

#### 8.4.4 二次试金

将熔渣及灰皿粉碎后（粒度 < 0.150 mm），按以下方法配料，进行二次试金。

**镁砂灰皿：**将粉碎后的熔渣和灰皿、80 g 氧化铅（5.3）、40 g 碳酸钠（5.2）、50 g 二氧化硅（5.4）、40 g 硼砂（5.5）、3 g 淀粉（5.6）置于原试金坩埚中，充分搅拌均匀后，覆盖约 10 mm 厚氯化钠（5.7），以下按 8.4.2~8.4.3 进行。

**骨灰灰皿：**将粉碎后的熔渣和灰皿、45 g 氧化铅（5.3）、40 g 碳酸钠（5.2）、20 g 二氧化硅（5.4）、15 g 硼砂（5.5）、2 g 淀粉（5.6）置于原试金坩埚中，充分搅拌均匀后，覆盖约 10 mm 厚氯化钠（5.7），以下按 8.4.2~8.4.3 进行。

注：若样品金含量大于 1000g/t 时使用骨灰灰皿。若熔渣量大可更换为大体积试金坩埚。

#### 8.4.5 分金

将两次试金的合粒清除表面粘附杂质后在铁砧上锤成薄片，置于瓷坩埚（6.5）中，加入 20 mL 约 90 °C 的硝酸（5.10），于电热板上加热保持近沸，待反应停止后，保持加热 5 min ~ 10 min，取下瓷坩埚，用热水冲洗一次，然后再加入 20 mL 微沸的硝酸（5.9），于电热板上加热保持近沸 15 min ~ 20 min，倒出溶液用热水洗涤金粒和瓷坩埚 2 次 ~ 3 次，于电热板上低温烘干，在 600 °C 马弗炉中退火约 5 min。取出冷却，于天平（6.1）上称量金粒质量。

### 9 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：

$$w_{Au} = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_1$ ——金粒的质量（含二次试金金粒的质量），单位为毫克（mg）；

$m_2$ ——分析所用氧化铅（5.3）总量中金的质量，单位为毫克（mg）；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果 < 1000 g/t 时，保留到小数点后两位；计算结果  $\geq$  1000 g/t 时，保留到小数点后一位。

### 10 精密度

#### 10.1 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 3 数据采用线性内插法和外延法求得。精密度试验原始数据参见附录 A。

表 3 重复性限

$w_{Au} / \text{g/t}$	5.80	82.05	492.60	1164.0	1495.4	1960.3
$r / \text{g/t}$	0.46	3.23	10.24	15.5	25.2	30.5

## 10.2 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 4 数据采用线性内插法和外延法求得。

表 4 再现性限

$w_{Au} / \text{g/t}$	5.80	82.05	492.60	1164.0	1495.4	1960.3
$R / \text{g/t}$	0.66	3.86	13.42	19.0	29.5	35.4

## 11 试验报告

试验报告所包括的内容至少应给出以下几个方面：

- 试验对象；
- 使用的标准（YS/TXXX）；
- 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

精密度数据是由 15 家实验室对 6 个不同水平的样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的样品在重复性条件下独立测定 7 次~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

实验室	水平数	W <sub>Au</sub> /%										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	5.50	5.80	6.20	6.00	6.10	5.60	6.20	5.90	6.00	5.80	6.00
	2	81.80	81.20	82.20	82.00	82.00	82.10	82.00	82.80	82.40	82.20	82.30
	3	494.40	493.60	488.00	494.60	492.00	487.80	494.80	491.80	493.20	490.00	495.00
	4	1167.7	1167.6	1164.2	1159.2	1159.0	1158.6	1160.0	1164.4	1165.5	1166.4	1166.8
	5	1497.0	1497.4	1495.6	1498.2	1495.0	1492.0	1501.6	1498.8	1499.6	1492.2	1500.8
	6	1956.2	1951.0	1956.8	1961.4	1960.6	1962.0	1960.6	1961.0	1959.4	1958.8	1952.8
2	1	5.80	5.60	5.70	5.60	5.60	5.60	5.80	5.60	5.60	5.90	5.70
	2	81.89	82.38	82.18	81.58	81.88	81.77	82.13	82.13	82.08	79.68	81.89
	3	494.48	493.53	495.46	493.79	492.86	493.76	494.47	491.27	494.56	494.46	494.46
	4	1172.6	1172.8	1171.1	1169.3	1162.6	1168.1	1170.6	1174.3	1173.9	1162.9	1168.2
	5	1498.2	1498.8	1496.6	1496.6	1497.5	1496.8	1501.5	1501.7	1499.1	1494.9	1496.2
	6	1963.5	1965.6	1967.7	1964.5	1964.4	1965.2	1964.3	1969.0	1972.4	1962.3	1967.6
3	1	6.20	6.10	6.20	6.10	6.30	6.10	6.20	—	—	—	—
	2	81.10	81.20	82.20	82.40	82.90	82.10	82.50	—	—	—	—
	3	490.80	487.30	488.00	492.50	490.30	487.80	491.20	—	—	—	—
	4	1165.5	1155.8	1163.8	1159.2	1165.9	1166.8	1165.8	—	—	—	—
	5	1486.7	1480.3	1484.7	1488.2	1489.1	1487.0	1488.3	—	—	—	—
	6	1954.3	1945.9	1948.8	1956.1	1952.7	1956.4	1952.6	—	—	—	—
4	1	5.70	5.60	5.40	5.80	5.60	5.50	5.70	5.50	5.70	5.50	5.60
	2	82.30	82.20	82.30	81.60	82.50	81.90	82.90	83.10	82.40	82.90	81.80
	3	493.40	494.30	493.20	492.30	494.10	492.40	494.80	492.90	493.50	494.50	493.00
	4	1160.2	1160.3	1162.5	1159.2	1159.5	1161.8	1160.3	1161.8	1160.5	1162.0	1159.8
	5	1494.4	1495.0	1497.2	1494.2	1493.2	1496.2	1496.5	1495.5	1497.0	1496.5	1494.2
	6	1961.6	1960.2	1962.3	1958.8	1958.5	1963.4	1962.5	1960.8	1961.2	1962.0	1960.1
5	1	5.95	5.98	5.94	5.95	5.99	5.92	5.95	5.93	5.93	5.97	6.01
	2	82.31	82.20	82.1	82.10	82.32	82.51	81.94	82.69	82.71	82.50	81.49
	3	491.06	491.01	493.11	491.86	492.00	489.06	495.22	490.35	489.03	494.00	491.07
	4	1163.1	1159.6	1163.2	1161.0	1158.6	1162.8	1163.6	1160.1	1162.2	1157.1	1163.8
	5	1496.1	1497.2	1495.0	1495.3	1498.1	1498.9	1492.1	1492.0	1491.8	1494.9	1496.0
	6	1960.1	1954.0	1957.2	1959.0	1955.3	1961.1	1959.0	1960.3	1958.2	1955.4	1960.5

表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	水平数	W <sub>Au</sub> /%										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
6	1	6.20	6.10	5.90	5.80	5.70	5.80	5.90	5.90	5.80	5.60	6.00
	2	82.10	82.30	82.00	82.10	81.80	82.30	82.20	81.70	83.50	82.10	82.20
	3	493.40	492.00	493.80	493.00	490.40	487.20	492.00	494.60	497.80	493.00	492.60
	4	1164.8	1162.0	1164.0	1162.4	1166.8	1165.4	1166.0	1167.2	1163.4	1163.0	1164.0
	5	1499.0	1500.2	1502.0	1492.8	1498.4	1496.4	1499.6	1497.4	1494.4	1496.0	1497.0
	6	1956.4	1958.0	1959.0	1956.2	1959.6	1958.0	1959.8	1956.0	1954.4	1958.4	1959.4
7	1	5.67	5.69	5.67	5.59	5.77	5.66	5.80	5.66	5.67	5.77	5.79
	2	81.85	82.50	82.70	82.04	81.35	81.80	82.06	82.59	82.16	81.98	82.33
	3	490.32	494.91	491.51	492.45	490.28	494.28	490.46	490.28	492.89	491.27	493.57
	4	1166.0	1170.4	1163.8	1163.6	1159.8	1168.8	1160.9	1168.1	1167.3	1169.2	1164.7
	5	1504.1	1491.4	1490.8	1506.7	1495.9	1497.0	1500.9	1504.8	1491.3	1490.8	1491.7
	6	1980.6	1984.2	1991.7	1968.3	1977.1	1970.6	1973.6	1991.0	1992.1	1978.4	1986.9
8	1	5.30	5.12	5.77	5.80	5.45	5.14	5.77	5.86	5.62	5.48	5.58
	2	80.76	81.93	80.42	82.50	80.87	81.72	80.54	82.26	81.52	81.36	81.46
	3	487.48	484.12	482.34	497.68	487.04	484.14	483.14	496.06	484.56	492.34	486.24
	4	1160.1	1173.9	1157.5	1169.5	1160.2	1174.7	1156.1	1169.8	1168.5	1158.8	1169.2
	5	1481.1	1485.5	1489.5	1493.5	1481.9	1485.8	1490.0	1493.9	1488.7	1490.5	1484.3
	6	1954.1	1961.7	1953.5	1960.1	1954.7	1960.1	1954.0	1961.1	1962.4	1955.7	1954.6
9	1	6.39	5.71	5.61	6.00	5.64	5.60	5.60	5.60	5.60	5.80	5.70
	2	82.53	82.07	81.94	81.90	82.03	82.08	81.48	81.99	81.70	81.97	81.85
	3	494.25	492.87	493.16	492.81	494.56	494.14	490.74	491.10	491.48	491.96	491.11
	4	1159.6	1158.9	1159.4	1157.3	1158.2	1156.2	1159.4	1162.5	1161.5	1162.8	1161.8
	5	1499.1	1492.7	1494.3	1492.6	1492.9	1492.9	1493.4	1492.6	1492.2	1493.6	1492.9
	6	1963.8	1959.8	1961.4	1958.6	1961.2	1954.3	1955.0	1952.7	1955.8	1953.8	1953.4
10	1	5.56	5.66	5.55	5.83	5.46	5.66	5.75	—	—	—	—
	2	81.36	81.52	81.56	81.77	79.87	82.50	81.46	—	—	—	—
	3	490.05	489.80	490.66	492.07	485.47	488.56	491.12	—	—	—	—
	4	1156.2	1154.1	1157.6	1156.1	1160.8	1149.1	1160.2	—	—	—	—
	5	1492.0	1495.6	1499.6	1496.6	1493.6	1497.2	1494.1	—	—	—	—
	6	1962.7	1975.9	1968.3	1969.4	1960.4	1953.78	1966.0	—	—	—	—
11	1	5.80	6.00	6.20	5.90	5.92	5.88	5.80	5.76	5.94	6.00	6.04
	2	81.90	82.00	82.50	82.20	82.50	82.30	82.10	82.00	82.20	82.00	81.60
	3	493.12	492.76	493.90	494.35	494.26	493.12	491.60	495.00	491.06	490.40	493.10
	4	1166.3	1162.2	1158.0	1164.0	1161.2	1163.2	1165.2	1161.9	1165.2	1165.4	1161.2
	5	1496.2	1495.5	1493.6	1492.4	1498.2	1497.5	1500.1	1500.4	1498.9	1499.1	1497.7
	6	1954.4	1955.4	1953.0	1953.9	1959.7	1962.2	1958.7	1959.5	1961.0	1962.1	1960.8

表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	水平数	W <sub>Au</sub> /%										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
12	1	6.00	6.10	5.80	6.00	5.80	5.90	5.70	5.90	—	—	—
	2	81.50	81.50	81.80	81.90	82.00	82.50	81.60	81.80	—	—	—
	3	495.60	493.50	495.70	491.30	496.30	496.70	494.50	494.80	—	—	—
	4	1163.4	1165.4	1180.8	1182.6	1182.7	1175.9	1179.3	1175.2	—	—	—
	5	1486.2	1490.8	1489.6	1487.5	1503.3	1502.7	1502.3	1495.4	—	—	—
	6	1964.7	1976.5	1970.1	1967.1	1976.9	1976.0	1971.9	1972.9	—	—	—
13	1	6.11	5.78	5.70	6.16	6.18	5.84	5.94	5.99	6.08	6.20	5.73
	2	81.33	83.84	82.10	83.13	81.54	82.31	83.55	81.95	83.56	83.95	81.44
	3	496.88	511.55	503.87	515.66	501.23	509.33	497.85	493.24	511.87	508.45	504.35
	4	1177.9	1172.9	1186.8	1149.7	1158.6	1178.5	1184.7	1164.3	1174.4	1184.3	1177.8
	5	1498.2	1500.4	1497.9	1479.5	1502.4	1495.6	1483.8	1496.7	1501.3	1503.4	1496.3
	6	1973.6	1944.9	1967.3	1995.6	1953.2	1958.4	1961.7	1976.6	1977.3	1961.2	1958.6
14	1	5.69	5.53	5.56	5.62	5.61	5.63	5.45	5.43	5.62	5.71	5.79
	2	81.79	82.39	81.93	82.11	81.62	82.48	81.50	82.11	81.82	82.51	82.29
	3	494.20	492.62	493.32	494.87	495.97	499.12	496.21	495.88	497.63	492.16	496.01
	4	1166.4	1165.4	1165.4	1168.2	1167.2	1162.2	1167.9	1170.0	1168.3	1164.8	1166.2
	5	1501.5	1498.0	1496.7	1506.1	1506.5	1502.4	1497.2	1499.5	1500.3	1496.9	1498.3
	6	1969.2	1966.3	1968.8	1974.1	1970.5	1972.9	1961.3	1964.7	1970.3	1971.0	1967.3
15	1	5.50	5.90	6.10	6.00	5.80	5.90	5.90	5.90	6.00	5.50	6.10
	2	82.50	82.40	81.90	82.30	82.10	82.60	82.40	82.00	82.00	82.30	82.40
	3	493.80	497.60	492.80	493.20	492.40	491.80	492.00	491.10	493.80	491.20	491.90
	4	1164.4	1161.2	1160.6	1160.4	1163.6	1168.6	1161.1	1158.6	1159.7	1160.7	1160.5
	5	1498.0	1493.6	1495.4	1502.4	1496.6	1497.2	1494.3	1494.8	1492.5	1493.3	1495.1
	6	1961.4	1958.2	1960.0	1951.6	1964.0	1952.1	1952.4	1956.3	1961.4	1964.2	1951.4

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示