

铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法 第 2 部分：金量的测定 流动注射-8531 纤维微型柱分离 富集-火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of copper, lead, zinc original and tailing ores—
Part 2: Determination of gold content—
Separation and preconcentration by flow injection and
8531 fiber micro-column-the flame atomic absorption spectrum method

中华人民共和国有色金属
行业标准
铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法
第 2 部分：金量的测定
流动注射-8531 纤维微型柱分离
富集-火焰原子吸收光谱法
YS/T 53.2—2010

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2011 年 1 月第一版 2011 年 1 月第一次印刷

*
书号：155066·2-21501 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533



YS/T 53.2—2010

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

5.5.2.2 此过程按 5.5.1.2 进行。

6 分析结果的计算

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:

$$w_{Au} = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-9}}{m \times 10^{-6}} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的试液中金的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

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 3(原矿)和表 4(尾矿)数据采用线性内插法求得。

表 3 原矿重复性限

元素	质量含量/(g/t)	重复性限(r)/(g/t)
金	0.045	0.011
	0.118	0.018
	0.359	0.036
	0.765	0.062

表 4 尾矿重复性限

元素	质量含量/(g/t)	重复性限(r)/(g/t)
金	0.006	0.003
	0.037	0.007
	0.085	0.013
	0.501	0.056

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对值不大于再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 5(原矿)和表 6(尾矿)数据采用线性内插法求得。

前 言

YS/T 53《铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法》共分为三个部分:

- 第 1 部分:金量的测定 火试金富集-火焰原子吸收光谱法;
- 第 2 部分:金量的测定 流动注射-8531 纤维微型柱分离富集-火焰原子吸收光谱法;
- 第 3 部分:银量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分是第 2 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分代替 YS/T 53.2—1992,本部分与 YS/T 53.2—1992 相比,主要有如下变动:

- 增加了前言部分;
- 对文本格式进行了修改;
- 增加了精密度部分;
- 增加了质量保证和控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位:北京有色金属研究总院。

本部分参加起草单位:北京矿冶研究总院、铜陵有色金属集团控股有限公司、江西铜业集团有限公司、中国地质科学研究院。

本部分主要起草人:李继东、伍星、王长华、吴海洲、高英奇、袁玉霞、邵从和、冯先进、柳成华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YS/T 53.2—1992。

4.6.2.1 当六通旋转阀(V_I)、十六通旋转阀(V_{II})均处于 A 位时,王水(3.3)流路(H)由联接管(L)按顺序与泵管(G)、六通旋转阀(V_I)上 V_{I-2} 、 V_{I-3} 及十六通旋转阀(V_{II})上 V_{II-8} 、 V_{II-7} 、8531 纤维微型柱(CL)、 V_{II-3} 、 V_{II-4} 接通,插入废液瓶(W);硫脲溶液(3.4)流路(E)由联接管(L)按顺序与泵管(G)、十六通旋转阀(V_{II})上 V_{II-2} 、 V_{II-1} 接通,返回硫脲溶液(3.4)试剂瓶(E);取样管路(S)由联接管(L)按顺序与泵管(G)、六通旋转阀(V_I)上 V_{I-4} 、 V_{I-5} 接通,插入废液瓶(W);原子吸收光谱仪(AAS)经联接管(L)与十六通旋转阀(V_{II})上 V_{II-6} 、 V_{II-5} 接通,插入水瓶(H_2O)。

4.6.2.2 当六通旋转阀(V_I)处于 B 位、十六通旋转阀(V_{II})处于 A 位时,王水(3.3)流路(H)由联接管(L)按顺序与泵管(G)、六通旋转阀(V_I)上 V_{I-2} 、 V_{I-1} 接通,返回王水(3.3)试剂瓶(H);硫脲溶液(3.4)流路(E)保持在 4.6.2.1 联接状态;取样管路(S)由联接管(L)按顺序与泵管(G)、六通旋转阀(V_I)上 V_{I-4} 、 V_{I-3} 及十六通旋转阀(V_{II})上 V_{II-8} 、 V_{II-7} 、8531 纤维微型柱(CL)、 V_{II-3} 、 V_{II-4} 接通,插入废液瓶(W);原子吸收光谱仪(AAS)保持在 4.6.2.1 联接状态。

4.6.2.3 当六通旋转阀(V_I)、十六通旋转阀(V_{II})均处于 B 位时,王水(3.3)流路(H)保持在 4.6.2.2 联接状态;硫脲溶液(3.4)流路(E)由联接管(L)按顺序与泵管(G)、十六通旋转阀(V_{II})上 V_{II-2} 、 V_{II-3} 、8531 纤维微型柱(CL)、 V_{II-7} 、 V_{II-6} 和原子吸收光谱仪联接;取样管路(S)由联接管(L)按顺序与泵管(G)、六通旋转阀(V_I)上 V_{I-4} 、 V_{I-3} 及十六通旋转阀(V_{II})上 V_{II-8} 、 V_{II-9} 接通,插入废液瓶(W)。

4.6.3 旋转阀位图及设定参数见表 1。

表 1 阀位图及设定参数表

CL 状态	平衡	分离富集	洗涤	洗脱
V_I 位置	A	B	A	B
V_{II} 位置	A	A	A	B
时间/s	6~10	20~40	14~20	25~30

4.6.4 联接状态;硫脲溶液(3.4)流路(E)由联接管(L)按顺序与泵管(G)、十六通旋转阀(V_{II})上 V_{II-2} 、 V_{II-3} 、8531 纤维微型柱(CL)、 V_{II-7} 、 V_{II-6} 和原子吸收光谱仪联接;取样管路(S)由联接管(L)按顺序与泵管(G)、六通旋转阀(V_I)上 V_{I-4} 、 V_{I-3} 及十六通旋转阀(V_{II})上 V_{II-8} 、 V_{II-9} 接通,插入废液瓶(W)。

4.6.5 压紧泵管(G),启动蠕动泵(P),将各管路插入水瓶(H_2O)中。按 4.6.2.1~4.6.2.3 检查并调节各阀位时水的流向,同时检查并压紧各接口处,确保无溶液渗漏。

4.6.6 选择合适泵管,并调节泵速,使取样管路流速为 8 mL/min,王水流路流速为 6 mL/min,硫脲溶液流路流速为 4 mL/min。

5 分析步骤

5.1 试料

5.1.1 试样粒度应小于 0.007 4 mm,于 100 °C~105 °C 烘 1 h,并置于干燥器中冷却至室温。

5.1.2 按表 2 称取试料,精确至 0.01 g。

表 2 试料称样量

金含量/(g/t)	试料/g	富集时间/s
0.01~0.2	10.00	40
>0.2~1.0	10.00	20

铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法 第 2 部分:金量的测定 流动注射-8531 纤维微型柱分离 富集-火焰原子吸收光谱法

1 范围

YS/T 53 的本部分规定了铜、铅、锌原矿和尾矿中金含量的测定方法。

本部分适用于铜、铅、锌原矿和尾矿中金含量的测定。测定范围:0.01 g/t~1.0 g/t。

2 方法原理

试料经 650 °C 焙烧 2 h,用王水分解,在稀王水介质中,采用流动注射-8531 纤维微型柱分离富集金,用空气-乙炔火焰,在原子吸收光谱仪波长 242.8 nm 处测量金的吸光度,用工作曲线法计算金的含量。

3 试剂

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。

3.1 王水(1+1),用时现配。

3.2 王水(1+9)。

3.3 王水(2+98)。

3.4 硫脲溶液(5 g/L):称取 10 g 硫脲于 1 000 mL 烧杯中,加 300 mL 水、200 mL 王水(3.2)溶解,移入 2 500 mL 试剂瓶中,补加 1 500 mL 水,混匀。

3.5 聚环氧乙烷溶液(1 g/L)。

3.6 金标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金($w_{Au} \geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 40 mL 王水(3.1)、2 滴饱和氯化钾溶液,混匀,在电热板上低温加热至完全溶解,冷却至室温。将溶液移入 100 mL 容量瓶,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 金。

3.7 金标准溶液:移取 10.00 mL 金标准贮存溶液(3.6)于 1 000 mL 容量瓶中,加 400 mL 王水(3.1),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 金。

3.8 金标准溶液:移取 10.00 mL 金标准贮存溶液(3.7)于 100 mL 容量瓶中,加 40 mL 王水(3.1),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 金。

4 仪器与装置

4.1 聚碳酸酯密封溶杯,容积 100 mL。

4.2 恒温水浴。

4.3 流动注射微量金分离富集系统包括以下器件:

a) 四道蠕动泵;