



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 5580—2023

铜精矿中金含量的测定 泡塑基颗粒活性炭富集分离-电感耦合 等离子体发射光谱法

Determination of gold content in copper concentrate—Separation by active carbon based on polyurethane foam—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2023-05-05 发布

2023-12-01 实施

中华人民共和国海关总署 发布

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。

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。

本文件由中华人民共和国海关总署提出并归口。

本文件起草单位：青岛海关技术中心、山东省第四地质矿产勘查院、青岛理工大学。

本文件主要起草人：岳春雷、陈景伟、宋双喜、张庆建、宋飞、刘美东。

铜精矿中金含量的测定

泡塑基颗粒活性炭富集分离-电感耦合 等离子体发射光谱法

1 范围

本文件描述了用泡塑基颗粒活性炭富集分离-电感耦合等离子体发射光谱法测定铜精矿中金含量的方法。

本文件适用于铜精矿中金的测定。测定范围:0.05 g/t~15.00 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 6379(所有部分) 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14263 散装浮选铜精矿取样、制样方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

试样经灼烧后,加王水溶解,加入载炭泡塑吸附分离金,灰化溶解定容后,使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定金含量。

5 试剂

除非另有说明,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

5.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

5.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

5.3 高锰酸钾。

5.4 乙醇:99.5%。

5.5 氟化氢铵。

5.6 王水(3+1,体积比):量取 300 mL 盐酸和 100 mL 硝酸,混匀。

5.7 王水溶液(1+1):量取 400 mL 王水(5.6),加入 400 mL 水中,混匀。

5.8 王水溶液(1+4):量取 400 mL 王水(5.6),加入 1 600 mL 水中,混匀。

- 5.9 王水溶液(1+9):量取 400 mL 王水(5.6),加入 3 600 mL 水中,混匀。
- 5.10 王水溶液(1+19):量取 50 mL 王水(5.6),加入 950 mL 水中,混匀。
- 5.11 高锰酸钾溶液(5%):称取 5 g 高锰酸钾,用水溶解,定容于 100 mL。
- 5.12 氟化氢铵溶液(2%):称取 10 g 氟化氢铵,用水溶解,定容于 5 000 mL。
- 5.13 盐酸溶液(2%):量取 20 mL 盐酸,加入 980 mL 水中,混匀。
- 5.14 金标准溶液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):使用有标准物质证书的有效期内的元素溶液。
- 5.15 金标准储备溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):吸取 10.00 mL 金标准溶液(5.14),用王水溶液(5.10)溶解,定容至 100 mL 容量瓶中,备用。
- 5.16 金标准工作溶液的配制:用金标准储备溶液(5.15)逐级稀释,用王水溶液(5.9)定容,配制成质量浓度分别为 0.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、20.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、40.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准系列溶液。
- 5.17 活性炭:医药级(公称粒度 0.25 mm);活性炭及预处理:粉状活性炭 1 kg,以氟化氢铵溶液(5.12) 5 000 mL 于塑料桶中浸泡 5 d,每天搅拌 1 次。澄清,倾出清液,以盐酸溶液(5.13)浸泡 1 d,抽滤并用去离子水冲洗 3 遍,烘干后研磨至不大于 0.074 mm,备用。
- 5.18 泡沫塑料:中密度聚氨酯泡沫塑料(表观密度 0.025 $\text{g}/\text{cm}^3 \sim 0.040 \text{g}/\text{cm}^3$)
泡沫塑料的准备:将大张泡塑剪去周边发黄的边皮,剪成为 4 cm(长) \times 4 cm(宽) \times 0.5 cm(厚)(约 0.25 g)的小块备用。
载炭泡塑的制备方法:称取预处理过的活性炭粉 10 g 于 1 000 mL 王水溶液(5.10)中,加入 4 cm(长) \times 4 cm(宽) \times 0.5 cm(厚)泡塑 100 块,搅匀,浸泡 4 h 后,揉搓 10 min,使活性炭均匀分布在泡塑中,水揉洗至无活性炭颗粒脱落,将载炭泡塑浸入盛水的容器中,于振荡器上振荡 40 min,挤干至无水滴流出,置于塑料瓶中备用。

6 仪器和设备

- 6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪:分析波长 242.795 nm。
- 6.2 马弗炉:最高温度不小于 1 000 $^{\circ}\text{C}$,控温精度 $\pm 10^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.3 电热板:控温精度 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.4 振荡器:满足振动频率(100 次/min \sim 120 次/min)要求。
- 6.5 方瓷舟:60 mm(长) \times 90 mm(宽) \times 15 mm(高)。

7 试样制备

按照 GB/T 14263 制备分析用样品。

8 分析步骤

8.1 试料

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g。

8.2 测定次数

做两份试料的平行测定。

8.3 空白实验

除不加待测样品外,其他均按照 8.4 步骤规定的样品处理方式进行空白实验。

8.4 样品处理

将试料(8.1)置于方瓷舟(6.5)中,于预先升温至 650 °C 马弗炉(6.2)灼烧 2 h,取出冷却,转移到 250 mL 锥形瓶中,加王水溶液(5.7)100 mL,在电热板上加热溶解到约 30 mL 时,取下冷却,加高锰酸钾溶液(5.11)0.15 mL,加水至 100 mL,加入载炭泡塑 1 块,于振荡器(6.4)上振荡吸附 40 min,取出泡塑,用水洗到无样渣,挤干至无水滴流出,置于 30 mL 瓷坩埚中。在锥形瓶中再加入载炭泡塑 1 块,振荡吸附 40 min,取出泡塑水洗到无样渣,挤干至无水滴流出,放入上述瓷坩埚中,加入乙醇(5.4)1 mL,于 700 °C 灰化灼烧 1 h,取出冷却,加王水溶液(5.7)2 mL,电热板上煮沸 1 min,冷却后转移到 10 mL 容量瓶中,定容,摇匀。

8.5 标准工作曲线

测定标准溶液空白的强度后,按顺序由低到高分别测定标准系列中金元素的光谱强度,根据光谱强度和标准溶液的浓度绘制标准曲线。

8.6 测定

分别测定空白溶液和试样溶液金的光谱强度,从标准曲线上查得金的含量。

9 结果计算

试样中金元素的含量 X 以质量分数计,按式(1)计算:

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X —— 试样中金元素的含量,单位为克每吨(g/t);

ρ —— 试样中金的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 —— 试样空白的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V —— 试样溶液的体积,单位为毫升(mL);

m —— 试样的质量,单位为克(g)。

计算结果保留至小数点后两位。

10 精密度

精密度数据是根据 GB/T 6379(所有部分),由 7 个实验室对 5 个水平的样品进行方法精密度试验,结果见表 1。

表 1 方法精密度

单位为微克每克

元素	水平范围(质量分数)/%	重复性限 r	再现性限 R
Au	0.045~15.5	$r = 0.018x^{0.661}$	$R = 0.044x^{0.663}$

重复性限 r , 再现性限 R , 按表 1 给出的方程求得。

在重复性条件下, 获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限 r , 大于重复性限 r 的情况以不超过 5% 为前提;

在再现性条件下, 获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限 R , 大于再现性限 R 的情况以不超过 5% 为前提。

11 试验报告

试验报告应当包括下列内容:

- a) 识别样品、实验室和试验日期所需的全部材料;
 - b) 执行文件编号;
 - c) 结果及其表示;
 - d) 使用的分析线;
 - e) 测定中发现的异常现象;
 - f) 对结果可能已产生影响的本文件中未作规定的各种操作或任选的操作。
-