

doi:10.3969/j.issn.1674-3636.2010.01.89

火试金富集—重量法测定铜精矿中金银含量

赵伟, 尤雅婷, 徐松, 封亚辉, 郑建明, 李建军

(江苏出入境检验检疫局, 江苏 南京 210001)

摘要:研究了新型试金炉和灰吹炉在铜精矿中金银含量重量法检测中的应用,大大提高了铜精矿中金银含量的检出效率,满足了大批量铜精矿样品的快速测定。该方法具有简单、快速、准确度高的特点。
关键词:铜精矿;火试金;新型试金炉;新型灰吹炉;快速测定
中图分类号:P575.9;Q655.1 **文献标识码:**A **文章编号:**1674-3636(2010)01-0089-03

0 引言

我国是贵金属稀缺的国家,每年需要进口大量的贵金属作为资源补充。与此同时,国家也大量进口铜精矿。据分析,贵金属与铜矿有一定的共生关系,例如金银。因此,研究并测定进口铜精矿中金银含量对于研究进口铜精矿的利用具有非常重要的意义。火试金法是经典的、在国内外广泛应用的、测定结果最为准确的金银含量直接测定方法。国家标准 GB/T 3884.2—2000(方法2)是利用火试金富集的方法直接测定铜精矿中的金银含量。该方法中所使用的试金电炉通常炉膛较小,而目前进口铜精矿的金银含量检验是以500t为1个副批,以整批货物10 000t为例,普通的试金电炉不能满足整批货物快速测定的要求。笔者所在的实验室引进了澳大利亚试金炉和灰吹炉,可以对大批量的铜精矿样品进行快速测定,主要是对使用新试金炉、灰吹炉检测铜精矿中金银含量的研究,并对使用普通电炉的方法参数进行了调整,达到了良好的效果。该方法具有简单、快速、准确度高的特点。

1 实验部分

1.1 试剂及规格

无水碳酸钠:工业纯,粉状;二氧化硅:工业纯,

粉状;氧化铅:工业纯,粉状;硼砂:粉状;淀粉:粉状;硝酸钾:粉状;氯化钠:工业纯,粉状;纯银:99.99%;铝箔:厚度0.10mm~0.15mm,重量3g~5g,方形,不含金银;硝酸:1.42g/mL,优级纯;硝酸(1+7):不含氯根;硝酸(1+1):不含氯根。

1.2 设备

Model 50PE LPG Fired Fusion Furnace 试金炉; Moel MF-D LPG Fired Cupellation Furnace 灰吹炉; 试金坩锅:上底直径11cm,下底直径6cm,高14cm,容积400mL;灰皿:上底直径4cm,下底直径3cm,高度3cm,深1.5cm;天平:感量1g;分析天平:感量0.001g;微量天平:感量0.01mg;超微量天平:感量0.001mg;铸铁模;医用止血钳。

1.3 试验方法

试料经配料,高温熔融,融态的金属铅捕集试料中的贵金属形成铅扣,试料中的其他物质与熔剂生成易熔性熔渣。将铅扣灰吹,得金银合粒,消除合粒表面粘附杂质,经硝酸分金,用重量法测定金银含量。

2 结果与讨论

2.1 熔融时间对试金的影响

试验是按 GB/T 3884.2—2000(方法2)进行配料,将50个配好料的坩锅置于预先升温至900℃的

试金电炉中,保持900℃ 15min,升温至1 100℃,保温15min 出炉,将熔融物倒入已预热过的铸铁模中,控制整个过程在 1h 左右。冷却后,铅扣与熔渣分离,保留熔渣,以备再处理。将铅扣锤成立方体,铅扣应控制在 30g~45g 之间。

因为该型试金炉升温较快,从 900℃ 升温至 1 100℃ 不需要 30min,如果在 900℃ 不保持 15min,将导致反应不充分,易暴沸溢出,从而影响测定结果,损坏炉膛。从表 1 可以看出,在 900℃ 保温 15min 是比较合适的。

表 1 熔融时间对试金的影响

900℃ 保温时间/min	熔融时间对试金的影响
<10	反应不充分、易暴沸溢出
≈15 左右	反应时间合适、没有暴沸
>20	反应时间过长、坩锅易损坏

2.2 灰吹温度对灰吹的影响

在国标 GB/T 3884.2—2000 中,灰吹过程如下:将铅扣放入已在 900℃ 试金电炉内预热 30min 的灰皿中,关闭炉门 1min~2min,待铅液表面黑色膜脱去后,稍开炉门使炉温尽快降至 840℃ 进行灰吹,当合粒出现闪光后,灰吹结束。将灰皿移至炉门口,稍冷后放入灰皿盘中,保留灰皿残渣以备处理。试验使用的灰吹炉是专门设计以便灰吹的炉,与试金炉分开使用,可以满足样品量多时试金、灰吹同时测定的要求。且此种灰吹炉没有进气、出气口,气流均匀,环绕进出气,氧化条件较一致,灰吹速度快、金银损失少,不需将灰皿移至炉门口。修改后的灰吹过程为:将 50 个铅扣同时放入已在 900℃ 灰吹炉内预热 30min 的灰皿中,关闭炉门 1min~2min,待铅液表面黑色膜脱去后,稍开炉门使炉温尽快降至 850℃ 进行灰吹,1h 后将 50 个灰皿同时移出炉膛,灰吹结束。从表 2 可以看出,灰吹温度小于 850℃ 时,铅液易凝固;大于 850℃ 时,金银合粒易形成多个不规则颗粒,同时易包裹铅液,金银损失较严重。

2.3 灰吹时间对灰吹的影响

在国标 GB/T 3884.2—2000 中,灰吹所使用的试金电炉在灰吹过程中炉门可以打开,判断灰吹结束是根据合粒出现闪光点,试验所使用的灰吹炉在灰吹过程中炉门不能打开,经过反复试验,灰吹时间约为 1h(表 3)。

表 2 灰吹温度对灰吹的影响

灰吹温度/℃	金银合粒形态
830~840	铅液易凝固,灰吹失败
850	得金银合粒,灰皿上有羽状结晶
860~870	形成多个不规则颗粒,金银损失严重

表 3 灰吹时间对灰吹的影响

灰吹时间/min	灰吹时间对灰吹的影响
<50	灰吹不完全,金银合粒被铅液包裹
≈60	灰吹完全,得金银合粒
>70	金银合粒有损失

2.4 重量法的应用

在国标 GB/T 3884.2—2000 中,银含量是通过硫氰酸钾标准溶液滴定得到,金含量是通过重量法得到。滴定耗时较长,配制溶液也易引入误差。因铜精矿中其他贵金属含量极低,故试验中金银含量都通过重量法得到。通过加料回收结果(表 4),效果令人满意。

表 4 加料回收结果

试样编号	试样量/g	Ag 含量/(g/t)	加入 Ag/μg	回收 Ag/μg	回收率/%
1	20.0	90.3	500	2 330	104.8
2	20.0	90.3	1 000	2 786	98.0
3	20.0	90.3	1 500	3 288	98.8
4	20.0	90.3	2 000	3 754	97.4

3 结 语

利用澳大利亚试金炉和灰吹炉,对铜精矿中的金银火试金富集,并用重量法进行测定。该方法每次进样量为 50 个,且熔样和灰吹可同时测定,满足了大批量铜精矿样品的快速测定。该方法具有简单、快速、准确度高的特点。

参考文献:

[1] GB/T 3884.2—2000,铜精矿化学分析方法:金和银量的测定[S].
[2] 汪婷龙,罗智.火试金法测定非浮选铜精矿中金银的

条件分析[J]. 铜业工程,2007(1):72-73.

[3] 杨作格,何明中. 提高铜精矿中金测定的精密度和准确度[J]. 黄金,2002,23(3):37-39.

[4] 王世辉,叶雪均,胡敏. 火试金法测定精炼金的金含量

[J]. 冶金分析,2008,28(1):71-73.

[5] 曾妙先. 火试金法在贵金属元素分析中的应用[J]. 黄金,2003,24(5):48-50.

Fire assay preconcentration-gravimetric method to determine gold and silver in copper concentrate

ZHAO Wei, YOU Ya-ting, XU Song, FENG Ya-hui, ZHENG Jian-ming, LI Jian-jun

(Jiangsu Inspection and Quarantine Bureau, Nanjing 210001, China)

Abstract: The authors studied a new fired fusion furnace and fired cupellation furnace in the gold and silver content in copper concentrate detection and the application of the gravimetric method, and the detection efficiency of the gold and silver content in copper concentrate was greatly improved, and a fast determination of copper concentrate in large sample batches could come true. The method was characteristic of easy, fast and high accuracy.

Keywords: Copper concentrate; Fire assay; New fired fusion furnace; New fired cupellation furnace; Fast determination

“江苏省(含上海市)铁矿资源潜力评价”项目成果通过验收

由江苏省地质调查研究院组织实施的“江苏省(含上海市)铁矿资源潜力评价”项目成果和相关专题成果,日前在北京通过全国矿产资源潜力评价项目办公室组织的成果验收。

自 2007 年底项目正式启动以来,项目组依据江苏省地质、地球物理、地球化学、遥感地质和矿产资料等信息,展开了铁矿资源成矿背景、成矿规律、物探、化探、遥感、自然重砂、矿产预测等各项评价工作,初步预测江苏省铁矿资源潜力 18.41 亿 t,其中包括已获资源量 9.9 亿 t。

与会专家一致认为,“江苏省(含上海市)铁矿资源潜力评价”项目围绕铁矿资源潜力评价开展了一系列的工作,基本完成了铁矿单矿种资源潜力评价的任务和相关工作。项目总体工作按照全国项目统一技术要求所规定的工作程序、技术方法及工作内容进行,工作中比较注重各课题之间的密切配合和沟通、各种信息的综合研究和合理应用,提交的报告和图件资料齐全,基本符合全国矿产资源潜力评价的技术质量要求和验收标准。总体成果获良好级;成矿地质背景研究、化探、遥感等 3 个专题获良好级;重力、磁法、成矿规律研究、矿产预测、基础数据库、成果数据库等 6 个专题获优秀级,且名列前茅。

(黄建平)