

检测分析

火试金法测定铜冶炼物料中银修正系数研究

罗联诗, 刘芳美, 赖秋祥, 吕火秀, 廖彬玲

(紫金铜业有限公司, 福建 龙岩 364204)

[摘要] 火试金法是分析化学中的一种经典的分析方法,对于熔炼和灰吹过程中产生的银损失,标准分析方法中采用二次试金或三次试金进行修正,虽然校正结果很好,但存在分析流程长、操作成本高、人为操作误差增加等问题。本文通过对铜冶炼中铜精矿、金精矿、粗铜、铜阳极泥等物料进行分类实验,统计分析了大量的实验数据,分别用一次试金法和二次试金法计算各物料的银修正系数,得到以下结果:银含量小于200 g/t时,修正系数为1.03;银含量在200~500 g/t范围,修正系数为1.025;银含量在500~1000 g/t范围,修正系数为1.02;银含量大于1000 g/t时,修正系数为1.01。通过对照实验和显著性检验,证明本方法测定结果准确、可靠。相对于传统的火试金法,本方法解决了二次试金或三次试金带来的耗时、误差增大等问题,达到了节能、降耗、省时的效果。

[关键词] 火试金法; 铜冶炼物料; 银损失; 银修正系数

[中图分类号] TF811; TF801+.3 [文献标志码] A [文章编号] 1672-6103(2021)01-0062-08

DOI:10.19612/j.cnki.cn11-5066/tf.2021.01.014

0 引言

火试金法是将冶金学原理和技术运用到分析化学中的一种经典的分析方法。因其具有取样代表性好、方法适用性广、富集效果好等优点,被广泛用于金银及贵金属元素化学分析^[1-2]。其方法原理以铅试金为例进行说明:试料与适量的熔剂熔融,以铅捕集金银形成铅扣,其他杂质元素与熔剂生成易熔性熔渣,利用铅扣与熔渣的密度不同,使铅扣与熔渣分离,将铅扣灰吹得到金银合粒,然后再分金得金银质量^[3-9]。

熔炼过程中由于单质贵金属与熔融态铅之间的亲和力较其他杂质元素的大,容易被铅捕集,但是铅扣也不可能把所有贵金属100%的捕集,仍有少部

分贵金属被溶解在熔渣中而造成损失。此外,试金温度、试剂和试样粒度等一些外在因素也会影响铅扣对贵金属的捕集。灰吹过程是贵金属与铅分离的过程。在整个过程中,铅不断被氧化后被灰皿吸收,存在于熔融铅表面的银同样也可能被空气氧化并与氧化铅一起被灰皿吸收而损失。随着灰吹的不断进行,铅逐渐减少,越来越多的银暴露于熔融体表面被氧化而损失,尤其是灰吹即将结束时,此时铅已经基本氧化成氧化铅被灰皿吸收了,银损失最为严重^[10-12]。

对于熔炼和灰吹过程中产生的银损失,标准分析方法中采用二次试金或三次试金进行修正^[13-16],虽然具有很好的校正结果,但是存在分析流程长、操作成本高、人为操作误差增加的问题。陈丽清等^[17]研究了火试金中镁砂灰皿试金银量的校正,通过条件实验确定了二次试金的配料方案、熔炼温度和时间,然后对不同物料进行分类实验,通过大量实验数据的统计分析得出各类物料的合理修正系数。该研究统计的修正系数局限性大,只适用于性质相近的同类物料,当物料性质改变后需重新研究统计新的

[作者简介] 罗联诗(1986—),男,福建大田人,本科,中级工程师,主要从事有色金属检测及管理工作。E-mail: 469012140@qq.com。

[收稿日期] 2020-06-26

[基金项目] 国家重点研发计划“国家质量基础的共性技术研究与应用”(2019YFF0217100)

补正系数,无法推广使用。盛建林^[18-20]结合数学校正法对铅试金重量法测定银进行了研究,虽然可以解决二次或三次试金带来的操作繁琐、误差增大等问题,但是配料方案、灰吹温度、灰皿材质等实验条件改变后,该研究推导出的补正公式中的各系数需重新进行调整或确认。在实际生产应用中,需根据试样的性质确定配料方案、熔炼温度、灰吹温度等实验条件,因此每一种试样的实验条件均有可能不相同,所以该补正系数在实际生产检测中适用性较差。因此,如何对银的损失进行科学的补正,以消除偏低的系统误差,同时又能满足实际生产快速检测需求,是研究的重点和难点。

本文通过对铜冶炼中铜精矿、金精矿、粗铜、铜阳极泥等物料进行分类实验,统计分析了大量的实验数据,分别用一次试金法和二次试金法计算各物料的银补正系数。

1 实验部分

1.1 试剂和仪器

1.1.1 试剂

- 1) 碳酸钠:工业纯,粉状。
- 2) 氧化铅:工业纯,粉状,金含量 ≤ 0.05 g/t,银含量 ≤ 5 g/t。
- 3) 二氧化硅:工业纯,粉状。
- 4) 硼砂:工业纯,粉状。

- 5) 淀粉:分析纯,粉状。
- 6) 硝酸钾:分析纯,粉状。
- 7) 覆盖剂:2份碳酸钠与1份硼砂混合。
- 8) 硝酸:优级纯,(1+7)(1份纯硝酸+7份纯水),(1+1)(1份纯硝酸+1份纯水),不含氯离子。
- 9) 冰乙酸:分析纯,(1+3)(1份冰乙酸+1份纯水)。

1.1.2 仪器

- 1) 分析天平:感量0.0001 g。
- 2) 试金电炉:最高加热温度1350℃。
- 3) 黏土坩埚:材质为耐火黏土,外型高度130 mm,顶部外径90 mm,底部外径50 mm,容积为300 mL左右。
- 4) 镁砂灰皿:高30 mm,上部内径35 mm,下部外径40 mm,深15 mm。
- 5) 瓷坩埚:容积为30 mL。
- 6) 铁铸模。

1.2 实验方法

1.2.1 试样

试样粒度不大于0.074 mm,试样在100~105℃烘干2 h后,置于干燥器中冷却至室温。铜精矿、金精矿称取15 g试样,精确至0.001 g;粗铜称取5 g,精确至0.0001 g;铜阳极泥称取1 g,精确至0.0001 g。

1.2.2 配料

各项溶剂按表1中的用量进行配料。

表1 试金配料方案

试金名称	样品名称	样品质量	Na ₂ CO ₃	PbO	SiO ₂	硼砂	淀粉	KNO ₃
一次试金	铜精矿	15	30	200	7	15	—	适量
	金精矿	15	30	80	7	15	根据S、C含量计算	根据S、C含量计算
	粗铜	5	30	230	8	12	2.5	—
	铜阳极泥	1	30	80	8	10	3.0	—
二次试金	铜精矿	熔渣+灰皿	30	80	25	30	4.0	—
	金精矿	熔渣+灰皿	30	80	25	30	4.0	—
	粗铜	熔渣+灰皿	30	80	25	30	4.0	—
	铜阳极泥	熔渣+灰皿	30	80	15	40	3.5	—

1.2.3 实验思路及试金工艺条件

1.2.3.1 实验思路

铜冶炼工艺中有较多的物料需要测定银含量,采用湿法消解样品用原子吸收光谱法测定银含量需要占用大量的人工成本;而火试金法同时测定金和银含量,银的结果准确度低,需要通过二次试金或三次试金进行补正才能提高银的准确度,存在样品检

测结果不够及时、检测成本高的问题。本文针对这些问题,对铜冶炼物料中银含量补正系数进行研究,因铜冶炼原料主要为铜精矿、金精矿、粗铜、铜阳极泥等,所以选择这些原料作为银补正系数研究的对象。

选择以上不同阶段的品位原料,分别用火试金法计算出一次试金熔炼的银含量结果和二次试金熔炼的银含量结果,计算出二次试金银含量和一次试

金银含量的比值,该比值为银修正系数。

1.2.3.2 试金工艺条件

一次试金熔炼:样品入炉升温至 930 ℃,保温 15 min 后,在 15 min 内升温至 1 130 ℃,再保温 15 min 后出炉。

二次试金熔炼:样品入炉升温至 930 ℃,保温 15 min 后,在 15 min 内升温至 1 150 ℃,再保温 15 min 后出炉。

灰吹:在 920 ℃ 温度下,将灰皿预热 30 min,冷却至 850 ~ 900 ℃ 时进行灰吹。

1.2.4 分金

灰吹得到的金银合粒用乙酸溶液(1+3)清洗,烘干,冷却至室温,称重。利用银溶于硝酸而金不溶于硝酸将金银分离。将合粒置于瓷坩锅中用热硝酸(1+7)在低温下反应溶解,再用硝酸(1+1)溶解,待银全部溶解后用热水洗涤金粒,低温烘干,高温灼烧,冷却,称重得金粒质量。

1.2.5 银含量的计算

银含量用重量法计算,见式(1)。

$$\text{Ag}(\text{g/t}) = \frac{m_{\text{合粒}} - m_{\text{Au}} - m_{\text{Ag}}}{m_0} \times 10^6 \times K \quad (1)$$

式中: $m_{\text{合粒}}$ 为合粒的质量,g; m_{Au} 为金粒的质量,g; m_{Ag} 为氧化铅空白中银质量,g; m_0 为试样的质量,g; K 为修正系数。

2 结果与讨论

2.1 镁砂灰皿回收率

在实验之前,针对镁砂灰皿的回收率进行了统计。不同检测人员称取与试样含银量接近的纯银粉,用 32 g 左右铅皮包裹纯银粉,在 850 ℃ 下随同试样进行相应的操作,计算其回收率并换算修正系数。灰皿摆放位置如图 1 所示,实验结果见表 2。

1	2	3	4	5
6	7	8	9	10
11	12	13	14	15
16	17	18	19	20

图 1 灰皿摆放位置

表 2 镁砂灰皿回收率

灰皿摆放位置	纯银粉重/ mg	铅皮重/g	合粒重/ mg	回收率/%	修正系数	灰吹时间/ min	灰吹速率/ g·min ⁻¹	相对物料银 品位/g·t ⁻¹
1	2.2	32.28	2.1	97.28	1.028	49	0.66	145
2	5.0	32.28	4.9	97.63	1.024	50	0.65	331
3	8.1	32.38	8.0	98.11	1.019	50	0.65	541
4	12.2	32.30	12.0	98.00	1.020	52	0.62	815
5	15.0	32.29	14.9	99.10	1.009	54	0.60	1 000
6	15.1	32.31	14.9	98.71	1.013	46	0.70	1 006
7	12.4	32.37	12.0	96.98	1.031	49	0.66	827
8	2.2	32.31	2.2	97.03	1.031	50	0.65	148
9	4.6	32.25	4.5	97.55	1.025	51	0.63	308
10	8.3	32.28	8.1	97.44	1.026	52	0.62	555
11	4.5	32.28	4.4	97.64	1.024	41	0.79	302
12	8.1	32.31	7.9	97.81	1.022	41	0.79	538
13	15.0	32.31	14.8	98.68	1.013	45	0.72	1 002
14	2.1	32.28	2.0	96.87	1.032	46	0.70	138
15	12.3	32.28	12.1	98.33	1.017	48	0.67	821
16	8.2	32.35	8.0	97.24	1.028	37	0.87	548
17	15.0	32.30	14.9	99.21	1.008	37	0.87	1 003
18	12.3	32.29	12.0	97.79	1.023	39	0.83	818
19	4.5	32.31	4.4	98.02	1.020	41	0.79	299
20	2.3	32.29	2.2	97.44	1.026	43	0.75	151
平均值	—	—	—	97.84	1.022	—	0.71	—

由图1和表2可知,不管灰皿放在何处灰吹,修正系数都在1.008~1.032范围内,平均系数为1.022,由此可说明,灰吹位置对灰皿回收率影响很小。

2.2 银修正系数的确定

对铜精矿、金精矿、粗铜、阳极泥等物料中银的测定进行了大量的实验,同时对不同物料中银的修正系数进行了统计分析。

2.2.1 铜精矿银修正系数

对不同银含量的铜精矿由多人平行测定,采用铜精矿 GB/T 3884.2—2012 标准方法及一次试金得到银含量^[13],然后计算银修正系数。分析及计算结果见表3。

表3 铜精矿中银的修正系数表

样品编号	银含量/ g·t ⁻¹	银修正系数			均值	相对标准 偏差/%
		检测 人员1	检测 人员2	检测 人员3		
1 [#]	202	1.029	1.028	1.028	1.028	0.056
2 [#]	199	1.029	1.029	1.028	1.029	0.056
3 [#]	66	1.030	1.029	1.030	1.030	0.056
4 [#]	99	1.030	1.030	1.029	1.030	0.097
5 [#]	173	1.028	1.029	1.030	1.029	0.056
6 [#]	121	1.031	1.030	1.030	1.030	0.097
7 [#]	383	1.025	1.025	1.025	1.025	0
8 [#]	257	1.026	1.025	1.024	1.025	0.098

因为不同人员分析存在差异,为消除系统误差,修正系数采用多人分析结果的平均值。对铜精矿银含量及银修正系数进行统计分析,如图2所示。

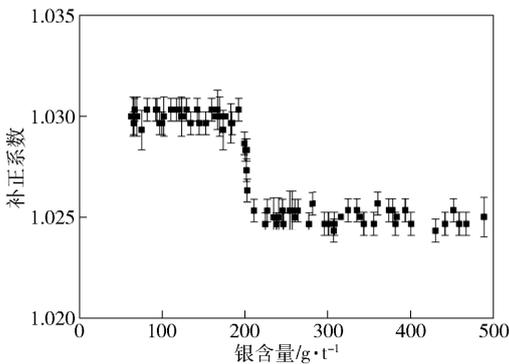


图2 铜精矿中银修正系数与银含量统计关系图

从表3和图2中可以看出,当铜精矿中银含量小于200 g/t时,修正系数集中在1.03左右,此时平

均值为1.03,中位值为1.03;当银含量在200~500 g/t之间时,修正系数集中在1.025,此时平均值为1.025,中位值为1.025。

2.2.2 金精矿银修正系数

金精矿中银含量采用 GB/T 7739.1—2007 国标推荐分析方法^[14],由多人平行测定并统计银结果,同时采用一次试金法得到银含量,然后计算修正系数。分析及计算结果见表4。

表4 金精矿中银的修正系数表

样品编号	银含量/ g·t ⁻¹	银修正系数			均值	相对标准 偏差/%
		检测 人员1	检测 人员2	检测 人员3		
1 [#]	777	1.019	1.020	1.020	1.020	0.057
2 [#]	510	1.020	1.020	1.021	1.020	0.057
3 [#]	325	1.024	1.024	1.025	1.024	0.056
4 [#]	237	1.025	1.025	1.025	1.025	0
5 [#]	285	1.025	1.025	1.025	1.025	0
6 [#]	410	1.025	1.024	1.025	1.025	0.056
7 [#]	302	1.024	1.024	1.025	1.024	0.056
8 [#]	215	1.025	1.025	1.026	1.025	0.056

由表4可知,不同银含量的金精矿中的银修正系数有所差异,但是总体差别不大。此外,对同一样品不同分析人员的修正系数相对标准偏差均小于5%。在分析过程中,对大量的金精矿数据进行了统计分析,其结果见图3。

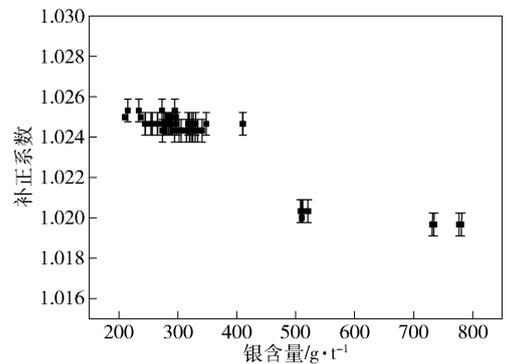


图3 金精矿中银修正系数与银含量统计关系图

金精矿银品位大部分处于200~500 g/t之间,少部分大于500 g/t。从图3中可以看出,银含量在200~500 g/t时,修正系数集中在1.025,大于500 g/t时,修正系数在1.02左右。

2.2.3 粗铜银修正系数

粗铜中银的检测分别采用行业标准分析方法《粗铜化学分析方法 金量和银量的测定 火试金法》(YS/T 521.2—2009)^[15]、一次试金法得到银含量,然后根据这两次方法的测量结果计算银修正系数。粗铜中的银含量为 600~1 500 g/t,此范围内银修正系数统计结果见表 5。

表 5 粗铜中银的修正系数表

样品	银含量/ g·t ⁻¹	银修正系数			相对标准	
		检测 人员 1	检测 人员 2	检测 人员 3	均值	偏差/%
1#	1 092	1.010	1.011	1.010	1.010	0.050
2#	1 132	1.010	1.010	1.010	1.010	0
3#	668	1.021	1.020	1.020	1.020	0.053
4#	844	1.020	1.020	1.020	1.020	0
5#	752	1.020	1.020	1.020	1.020	0
6#	906	1.020	1.019	1.020	1.020	0.057
7#	976	1.020	1.019	1.020	1.020	0.057
8#	882	1.020	1.020	1.019	1.020	0.057

从表 5 可以看出,粗铜的银修正系数在 1.01~1.02 范围内。对大量粗铜数据进行统计分析,结果见图 4。

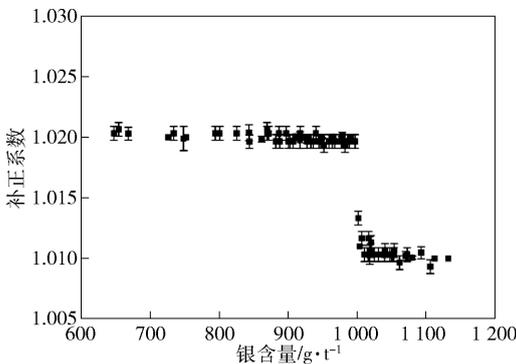


图 4 粗铜中银修正系数与银含量统计关系图

从图 4 可以看出,粗铜中银含量小于 1 000 g/t 时,粗铜的修正系数在 1.02 左右,当大于 1 000 g/t 时,修正系数约为 1.01。

2.2.4 铜阳极泥银修正系数

采用行业标准分析方法《铜阳极泥化学分析方法第 2 部分 金量和银量的测定 火试金重量法》(YS/T 745.2—2016)测定铜阳极泥中银的含量^[16],并采用一次试金法测得铜阳极泥中的银含量,然后

计算银修正系数,分析及计算结果见表 6。

表 6 阳极泥中银的修正系数表

样品 编号	银含量/ g·t ⁻¹	银修正系数			相对标准	
		检测 人员 1	检测 人员 2	检测 人员 3	均值	偏差/%
1#	26.77	1.01	1.01	1.009	1.01	0.057
2#	99.11	1.01	1.009	1.01	1.01	0.057
3#	130.24	1.01	1.01	1.01	1.01	0
4#	85.26	1.009	1.01	1.01	1.01	0.057
5#	152.36	1.01	1.01	1.01	1.01	0
6#	41.63	1.01	1.01	1.009	1.01	0.057
7#	37.42	1.009	1.01	1.01	1.01	0.057
8#	113.03	1.009	1.01	1.01	1.01	0.057

铜阳极泥的银品位数量级在 10⁴ g/t 以上,通过对大量的铜阳极泥中银含量与银修正系数的进行统计,得到图 5。

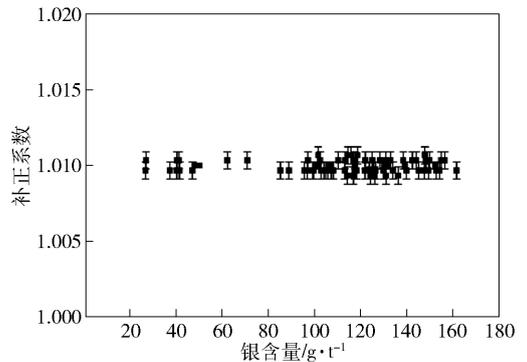


图 5 阳极泥中银修正系数与银含量统计关系图

由图 5 和表 6 可以看出,阳极泥中的银含量对银修正系数的影响没有明显变化,阳极泥的银修正系数在 1.01 左右,平均值为 1.01,中位值为 1.01。

2.2.5 银修正系数的确立

将铜精矿、金精矿、粗铜、铜阳极泥等的修正系数进行统计,如图 6 所示。从图中可以看出,随着银含量的增大,银修正系数总体趋势是逐渐降低,与陈丽清等^[17]研究结论相一致。通过对所有数据进行分析后发现,银修正系数具有阶段性,在不同银含量情况下,修正系数有差异。总体分为四梯度,当银含量小于 200 g/t 时,修正系数为 1.03;当银含量在 200~500 g/t 时,修正系数为 1.025;当银含量在 500~1 000 g/t 时,修正系数为 1.02;当银含量大于 1 000 g/t 时,修正系数为 1.01。通过以上实验数据,初步按照银含量对

铜冶炼物料确定银修正系数,如表7所示。

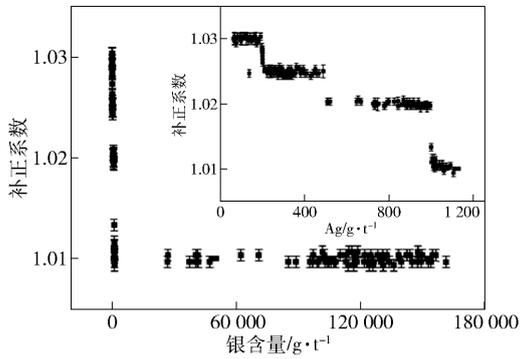


图6 冶炼物料中银修正系数与银含量统计关系图
(内插图是银含量小于1 200 g/t的银修正系数
与银含量的统计关系放大图)

2.3 精密度实验

为了确定实验中拟定的银修正系数是否稳定,对

表8 不同样品精密度实验结果

样品编号	银修正系数	银含量/g·t ⁻¹						RSD/%	
		结果1	结果2	结果3	结果4	结果5	结果6		平均值
1 [#]	1.03	83	84	85	83	84	86	84	1.36
2 [#]	1.025	285	281	287	291	281	279	284	1.62
3 [#]	1.03	136	136	143	139	145	145	141	2.92
4 [#]	1.02	661	657	661	668	654	654	659	0.82
5 [#]	1.01	1165	1162	1168	1172	1181	1182	1172	0.70
6 [#]	1.025	330	320	326	324	329	334	327	1.47
7 [#]	1.01	10.72 *	10.71 *	10.76 *	10.77 *	10.78 *	10.72 *	10.74 *	0.28
8 [#]	1.02	895	897	884	891	880	882	888	0.81

注: * 处数据单位为 kg/t。

表9 不同样品对照实验结果

样品	银修正系数	银含量/g·t ⁻¹		差值/ g·t ⁻¹	允差/ g·t ⁻¹
		结果1	结果2		
铜精矿1 [#]	1.03	76	75	1	7
铜精矿2 [#]	1.025	230	234	-4	23
金精矿1 [#]	1.02	513	512	1	50
金精矿2 [#]	1.025	276	268	8	20
粗铜1 [#]	1.02	833	862	-29	50
粗铜2 [#]	1.01	1 100	1 132	-32	55
铜阳极泥1 [#]	1.01	66.44 *	66.45 *	-0.01 *	1.83 *
铜阳极泥2 [#]	1.01	128.24 *	128.09 *	0.15 *	2.99 *

注:结果1为本实验中用银修正系数校正的结果;结果2为外检、循环比对、能力验证的结果;* 处数据单位为 kg/t。

表7 铜冶炼物料银修正系数

银含量/g·t ⁻¹	修正系数	银含量/g·t ⁻¹	修正系数
<200	1.03	500 < x < 1 000	1.02
200 < x < 500	1.025	>1 000	1.01

同一试样由不同的人员在相同的条件下平行测定6次,对大量样品进行了实验,结果满意。实验结果见表8。

由表8可以看出,多人平行测定结果的相对标准偏差小于5%,银修正系数精密度高。

2.4 对照实验

2.4.1 外部比对

在本实验中,通过采用外检、循环比对、能力验证等方式进行对照,来验证本实验中拟定的银修正系数是否合理。在该对照实验中对各种银含量不同的物料进行了大量的比对,部分分析结果见表9。

从表9中可以看出,采用本实验提出的银修正系数校正结果与外检结果基本一致,差值远远小于允许差,结果满意。

2.4.2 标准物质

采用拟定的银修正系数法,用铜精矿 TJK14-02和铜精矿 ZJB2019003 标准物质进行了检测,结果均在允差范围内,见表10。

由表10可以看出,本实验拟定的银修正系数是可靠的。

2.5 显著性检验

《铜精矿化学分析方法第2部分 金和银量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法》(GB/T 3884.2—2012)、《金精矿化学分析方法第1部分 金量和

表 10 标准样品检测结果

样品编号	校正系数	银含量/ $\text{g}\cdot\text{t}^{-1}$				RSD/%	
		标准值	结果 1	结果 2	结果 3		结果 4
TJK14-02	1.025	456.1 ± 8.9	451.6	453.8	450.6	459.2	0.85
ZJB2019003	1.025	212.0	213.4	210.7	210.5	213.1	0.73

银量的测定》(GB/T 7739.1—2007)、《粗铜化学分析方法第 2 部分 金和银量的测定 火试金法》(YS/T 521.2—2009)、《铜阳极泥化学分析方法第 2 部分 金量和银量的测定 火试金重量法》(YS/T 745.2—2016)与本实验中拟定的校正系数法测定的结果之间是否存在系统误差,对重现性实验结果采用了 t 检验法。见式(2)~(3)。

$$t = \frac{|\bar{x}_1 - \bar{x}_2|}{s} \times \sqrt{\frac{n_1 \times n_2}{n_1 + n_2}} \quad (2)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum (x_{i1} - \bar{x}_1)^2 + \sum (x_{i2} - \bar{x}_2)^2}{n_1 + n_2 - 2}} \quad (3)$$

式中:下角标 1 表示标准方法;下角标 2 表示银校正系数法; n 为测定次数; s 为标准偏差; \bar{x} 为平均值。

根据式(2)、式(3)得到的两种方法的标准偏差 s 和 t 值见表 11。

表 11 两种方法显著性检验

标准方法/ $\text{g}\cdot\text{t}^{-1}$	本方法/ $\text{g}\cdot\text{t}^{-1}$	s	t	$t_{0.05,6}$
141.2	140.7	4.31	0.21	2.45
284.6	284.2	4.56	0.14	2.45
890.5	888.1	8.61	0.48	2.45
10.75*	10.74*	0.026	0.40	2.45

注: * 处数据单位为 kg/t 。

从表 11 可以看出,当置信度 $P = 95\%$ 时, $t < t_{0.05,6}$,因此标准方法与本实验中拟定的银校正系数法间不存在显著性差异。即采用拟定的银校正系数计算银的结果,未引起系统误差,该校正系数是准确可靠的。

3 结论

1)对铜精矿、金精矿、粗铜、铜阳极泥等 4 种物料进行银校正系数研究,确定了铜冶炼物料银校正系数:银含量小于 $200 \text{ g}/\text{t}$ 时,校正系数为 1.03;银含量在 $200 \sim 500 \text{ g}/\text{t}$ 范围,校正系数为 1.025;银含量在 $500 \sim 1000 \text{ g}/\text{t}$ 范围,校正系数为 1.02;银含量大于 $1000 \text{ g}/\text{t}$ 时,校正系数为 1.01。通过对照实验

和显著性检验,证明本方法测定结果准确、可靠。

2)相对于传统的火试金法,本方法解决了二次试金或三次试金带来的耗时、误差增大等问题,达到了节能、降耗、省时的效果。

3)实验证明,该方法适用于常见的铜精矿、金精矿、粗铜、铜阳极泥等物料中银的分析,测定范围宽,银大于 $100 \text{ g}/\text{t}$ 的试样也能取得较好的分析结果。

[参考文献]

- [1] JUVONEN R, LAKOMAA T, SOIKKELI L. Determination of gold and the platinum group elements in geological samples by ICP-MS after nickel sulphide fire assay: difficulties encountered with different types of geological samples [J]. *Talanta*, 2002, 58(3): 595 - 603.
- [2] SUN Y, SUN M. Nickel sulfide fire assay improved for pre-concentration of platinum group elements in geological samples: a practical means of ultra-trace analysis combined with inductively coupled plasma-mass spectrometry [J]. *Analyst*, 2005, 130(5): 664.
- [3] 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.
- [4] 董守安. 贵金属分析 [J]. *分析试验室*, 1992(4): 78 - 97.
- [5] 吴瑞林, 吴立生, 罗一江. 贵金属分析 [J]. *分析试验室*, 1998(5): 97 - 108.
- [6] 刘静, 余振宝, 汲鹏, 等. 贵金属分析用分离富集方法进展 [J]. *贵金属*, 2010, 31(2): 65 - 81.
- [7] 李跃光, 陈为亮. 贵金属元素分析中的分离富集技术应用进展 [J]. *贵金属*, 2012, 33(4): 71 - 74.
- [8] 蔡树型, 黄超. 贵金属分析 [M]. 北京: 冶金工业出版社, 1984: 81 - 96.
- [9] 林海山, 唐维学. 二次资源中贵金属分析方法最新应用 [J]. *中国无机分析化学*, 2011(1): 40 - 45.
- [10] 管有祥. 火试金灰吹合粒“开花”的讨论 [J]. *贵金属*, 1999(1): 42 - 44.
- [11] 赵德年. 关于火试金灰吹时金银的损失 [J]. *地质实验室*, 1989(2): 86 - 88.
- [12] 孙佩士, 宛瑞静, 代建强, 等. 火试金法中金与银在灰吹过程中损失的探讨 [J]. *资源导刊: 地球科技版*, 2013(1): 51 - 51.
- [13] 铜精矿化学分析方法第 2 部分: 金量和银量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法: GB/T 3884.2—2012 [S]. 北京:

- 中国标准出版社, 2013.
- [14] 长春黄金研究院. 金精矿化学分析方法第1部分: 金量和银量的测定; GB/T 7739.1—2007 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2007.
- [15] 全国有色金属标准化技术委员会. 粗铜化学分析方法第2部分: 金和银量的测定 火试金法; YS/T 521.2—2009 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2010.
- [16] 全国有色金属标准化技术委员会. 铜阳极泥化学分析方法第2部分: 金量和银量的测定 火试金重量法; YS/T 745.2—2016 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.
- [17] 陈丽清, 王平, 张黎明. 火试金中使用镁砂灰皿银的修正初探[J]. 铜业工程, 2003(2): 73—75.
- [18] 盛建林. 铅试金重量法结合数学校正法测定银[J]. 冶金分析, 2016, 36(9): 9—18.
- [19] 盛建林. 铅试金法测银的灰吹损失与校正[J]. 分析试验室, 1992(4): 66—68.
- [20] 盛建林. 灰皿材质对分析结果影响的研究[J]. 分析试验室, 2009, 28(zk): 282—285.

Study on determination of silver correction coefficient of copper smelting materials by fire assay

LUO Lian-shi, LIU Fang-mei, LAI Qiu-xiang, LV Huo-xiu, LIAO Bin-ling

Abstract: The fire assay is a classic analysis method in analytical chemistry. For the silver loss during the smelting and ash blowing process, the standard analysis method uses the second test or the third test to make corrections. Although the calibration results are very good, there are problems such as long analysis process, high operation cost, and increase of human operation error. In this paper, through the classification experiment of copper concentrate, gold concentrate, blister copper, copper anode slime and other materials in copper smelting, a large number of experimental data are statistically analyzed, and the primary and secondary testing methods are used to calculate the silver correction coefficient of each material, and get the following results. When the silver content is less than 200 g/t, the correction coefficient is 1.03; when the silver content is in the range of 200 ~ 500 g/t, the correction coefficient is 1.025; when the silver content is in the range of 500 ~ 1 000 g/t, the correction coefficient is 1.02; when the silver content is greater than 1 000 g/t, the correction coefficient is 1.01. The control experiment and the significance test prove that the result of this method is accurate and reliable. Compared with the traditional fire assay method, this method solves the problems of time-consuming and errors caused by the second test or third test, and achieves the effects of energy saving, consumption reduction and time saving.

Key words: fire assay; copper smelting materials; silver loss; silver correction coefficient

(上接第44页)

production line, and carried out technical transformation for the original bismuth production line. After the overall technological upgrading and transformation, the processing capacity of lead anode slime reaches 20 000 t/a, and the comprehensive recovery rate of valuable metals such as silver, gold, lead, bismuth, copper, and antimony is above 99.5%. The direct yields of the main metals silver, antimony, and bismuth reached 94%, 90%, and 85% respectively, reaching the industry-leading level. The processing cost of recycled metal has been drastically reduced, and the annual benefit has increased by more than 20 million yuan. This article introduces the upgraded process and gives a detailed description for the production operation.

Key words: lead anode slime; comprehensive recovery; technical transformation; crude silver production line; antimony production line; bismuth production line