

金精矿中金银铜铅锌的测定及不确定度分析

刘晓宇 强晓阳

灵宝黄金集团股份有限公司, 河南 三门峡 472500

[摘要]在国家经济发展的同时, 金属工业的科技水准也在稳步提高, 在金属工业中, 利用科技手段对岩石矿物进行化验具有十分重要的意义。分析检测岩石矿物, 它不但可以对矿石的化学成分进行分析, 还可以对矿石中金、银、铜、铅、锌等各种成分进行测量, 对矿产资源的开发、冶炼过程中的取样等都具有重要的指导意义。文中介绍了金精矿中金银铜铅锌常用的测定方法, 具体分析了金银铜铅锌的测定, 探讨了测定的不确定度, 旨在为相关工作提供帮助, 助力采矿事业的高质量持续发展。

[关键词]金精矿; 金银铜铅锌; 不确定度

DOI: 10.33142/ec.v7i3.11413

中图分类号: TD952

文献标识码: A

Determination and Uncertainty Analysis of Gold, Silver, Copper, Lead and Zinc in Gold Concentrate

LIU Xiaoyu, QIANG Xiaoyang

Lingbao Gold Group Company Ltd., Lingbao, He'nan, 472500, China

Abstract: With the development of the national economy, the technological level of the metal industry is also steadily improving. In the metal industry, it is of great significance to use technological means to analyze rock minerals. Analyzing and detecting rock minerals can not only analyze the chemical composition of the ore, but also measure various components such as gold, silver, copper, lead, zinc, etc. in the ore, which has important guiding significance for the development of mineral resources and sampling in the smelting process. The article introduces the commonly used determination methods for gold, silver, copper, lead, and zinc in gold concentrates, analyzes the determination of gold, silver, copper, lead, and zinc in detail, explores the uncertainty of the determination, and aims to provide assistance for related work and help the high-quality and sustainable development of the mining industry.

Keywords: gold concentrate; gold, silver, copper, lead, zinc; uncertainty

引言

在确定原矿中的金、银、铜、铅、锌等元素时, 利用各种测定手段, 提高测定的效率和精度, 对测定过程中的不确定性进行研究是十分必要的。矿产资源在我国的经济发展中占有相当大的比重, 它对经济发展和人民的生活水平都有很大的影响。在测定矿物中的金、银、铜、铅、锌等元素时, 不确定度是评价其测量结果的一个主要指标, 主要是因为不确定性可以评估测量的精度。这将极大地推动矿产资源的高效开发, 推动国家的经济快速发展。

1 金精矿中金银铜铅锌的常用测定方法

1.1 原子吸收光谱法

矿石中金属元素的类型不同, 其振动的特点也存在显著的差异, 原子吸收光谱法正是利用了金属原子的特性。该方法具有选择性好, 操作简便, 分析速度快等优点, 适用范围很广, 能进行多种元素的分析和测定。它在地质试样的分析中占据着非常重要的位置, 尤其是在微量元素的微区检测方面, 是一种非常重要的分析方法。在对矿物中的金属原子进行探测时, 需要找到适合的光源, 并对所得到的光线进行解析, 得到所需的波段, 不同的金属元素具有不同的吸收波段, 因此该探测方式具有更高的选择性。同时, 伴随经济的持续发展, 各类实验研究和科技测试都

能够在科学的仪器和机械装置的帮助下进行, 而在使用了一些科学仪器之后, 进行测试也变得简单了许多。另外, 借助科学仪器, 可以缩短对金属元素的光谱进行解析的时间, 加之科研设施的升级, 测试线路的标准也越来越低, 现在已经可以进行微量的无机元素测定^[1]。

1.2 发射光谱分析法

在测试中, 不同的金属成分引起的振动状态也不尽相同, 当用激光光源照射时, 金属元素就会发出某种能量, 每一种金属原子都有不同的能量。发射光谱法与原子吸收光谱法在理论上有异曲同工之妙, 都是利用光谱信息对矿物样品中多种金属成分及其浓度进行研究与分析。该技术可同时测定紫外光区多种金属离子, 具有实用性强, 可实现多组分同时测定, 准确度高等特点。该方法可用于地质测量中的主元素、次元素和微量元素的测定, 尤其是远紫外波段的非金属元素的测定。在使用过程中要特别注意, 当有复杂的成分背景和较强的干扰时, 要及时更换测试设备。

1.3 X射线荧光光谱法

X射线荧光光谱分析是一种新近发展起来的新技术, 其基本理论是利用X射线对矿物样品进行照射, 激发样品中各种金属元素的振动发射, 利用其对矿物样品中各种金属的振幅光谱进行分析, 进而对矿物样品中各种金属的

种类及比例进行鉴别。与原子吸收光谱法相比, X 射线荧光光谱技术可以应用于研究的任何一个环节,应用难度较低,而且比较灵敏,是目前矿石检测的主要手段。然而,该技术也有其缺点,即当矿物样品中的原子级很小或很少时,就很难被检出。当然,在对矿物样品进行测试时,也不能只采用一种测试手段,还可以根据具体的情况和其他的测试手段进行组合,从而提高测试的准确性。

2 金精矿中金银铜铅锌的测定

2.1 测定金

在测定原矿中金含量的时候,一般都是采用王水进行溶金,并依据其含量的不同,采用适当的检测手段。在实际工作中,相关的技术人员通常都会使用泡塑吸附原子吸收法。按照《泡塑富集-原子吸收光谱法》,将矿石样品先用王水溶于聚乙烯泡沫中,再用硫脲-盐酸溶液将被树脂吸附的金从塑料中释放出来,然后通过 242.8 nm 的波长下使用原子吸收分光光度法测定金的含量。此外,还可采用火焰比色法、活性炭吸附-碘量法、活性炭吸附-原子吸收光谱等方法,这三种是当前矿山黄金含量测试中较为常见和实用的检测方法^[2]。火试金方法是将样品与合适的溶剂(碳酸钠、硼砂、二氧化硅、氧化铅及还原剂或氧化剂)进行混合,使其在高温下熔化,当样品处于液态时,铅和贵金属的合金就会沉淀在坩埚的下方,从而使样品中的杂质与药剂反应出良好的流动性,从而容易从铅环中脱离出来。把铅扣在灰皿里,再吹灰,最终把金银等贵金属颗粒留在灰皿里,称量出金、银合粒的重量。在此基础上,利用银在硝酸中溶解而金不溶于硝酸的特性,用硝酸分两次消解,不溶物烘干、回火、称重,即为金的重量。用活性炭吸附-碘量法测定金含量,其流程可以归纳为:样品先预处理除去碳、硫等有机物,再用王水溶解、吸附、炭化、蒸酸脱除硝根,然后用淀粉作为指示剂,用硫代硫酸钠滴定,测定出金的含量。当矿石中的金含量较低时,可用活性炭-原子吸收法进行测定。将吸附有金的活性炭烧成灰,再用王水中溶解,并添加适量盐酸-硫脲,用原子吸收分光光度计测定。

2.2 测定银

在进行银检测时,一般都可以针对不同含量选择合适的检测手段。对于微量的银,一般采用的是原子发射光谱技术。对于含量较大的银,一般采用原子吸收法、差值法进行检测。盐酸和盐酸-硫脲是测定矿石中银元素的两种常用介质。这两种工艺均是先用盐酸将硫化矿石分解,然后加入硝酸。其区别在于,盐酸介质 AES 法是先加硝酸,然后在矿石接近干燥的时候,加纯盐酸,然后将其加热,取出冷却,用水定容;盐酸-硫脲介质中的原子吸收分光光度计,先加盐酸,然后加硝酸、氢氟酸、高氯酸,将矿石烧成湿盐,加入适量的盐酸及水加热溶解,稀释至容量瓶中添加适量的 5% 硫脲,用水定容。最终采用的是 328.1

nm 的原子吸收分光光度计,用于矿物中银的分析。

2.3 测定铜铅锌

在确定矿石中的铜、铅、锌时,根据矿石中的铜、铅、锌的含量不同,为确保结果的准确性,通常使用滴定法和原子吸收法。

2.3.1 测定铜

滴定法是一种常用的测量矿物中的铜的方法,它通常是碘量法,称量出 0.2000 克到 0.5000 克的样品,在低温下添加盐酸,然后是硝酸和溴对样品进行处理,当溶液挥发到湿盐状时,用蒸馏水进行清洗。然后将其进行升温,将其取出,让其在 pH3.0~4.0 弱酸性时,然后将淀粉作为指示剂,通过硫代硫酸钠标准溶液进行滴定,从而间接地测量出铜的含量^[3]。

2.3.2 测定铅锌

滴定法测定矿石中铅锌的含量常用乙二胺四乙酸滴定法。铅分析样品经酸解后,形成与其他成分相分离的硫酸铅,再用慢速定量滤纸过滤,滤液保留,加热蒸至湿盐状,加入盐酸和水加热溶解稀释,用原子吸收检测铅量。而在滤纸之上,则为硫酸铅沉淀。将其展开放入烧杯中加入蒸馏水及乙酸-乙酸钠缓冲液,使之溶解,冷却,加入 0.1g 抗坏血酸和二甲基酚橙作指示剂,于 pH5.5~6.0 之间的乙酸-乙酸钠溶液中,用 EDTA 标准液进行滴定,直至从酒红变成明亮的黄色为止,检测及滴定综合算出铅含量,该法对含铅量超过 5% 的样品均有较好的应用价值。锌分析样品经酸解后,形成与其他成分相分离的硫酸铅,再用慢速定量滤纸过滤,滤液保留,先将含铅的氯化铵、过硫酸铵、氟化钠和氨水混合,再将其加热至沸腾,然后用快速定性滤纸将其滤出,再用热乙酸-氯化铵缓冲溶液清洗。滤液保留加热至 100ml,加入 0.3g 氯化铵、0.1g 抗坏血酸及甲基橙指示剂,将其 pH 值调整到 5.5~6.0,然后添加乙酸-乙酸钠、硫脲饱和溶液,用二甲基酚橙作为指示剂,用 EDTA 标准液进行滴定。用原子吸收光谱法测定铜,铅,锌,该方法灵敏度高,快速,简便,特别适用于低含量铜、铅、锌等元素的分析。该法适用于铜、锌含量为 0.01%~1.0%,铅含量为 0.05%~5% 的样品。在 324.8nm 波长下,用原子吸收分光光度计测定铜的吸收率,由此算出试样中的铜含量,铅和锌的测定分别为 283.3nm 和 213.9nm。

3 金精矿中金银铜铅锌测定的不确定度分析

有关工作人员应该明确地认识到,不确定度是指在检测过程中得出的样本结果与相关标准中规定的参考结论之间的偏差是否在一个合理的、科学的有效范围内。要想更好地适应这种情况,就必须对科学、合理的测试方法给予足够的关注,在进行后面的工作之前,要把有关的工作做好。一般来说,这种不确定性都需要用一个置信区间来衡量,而且整个置信区间都要在一个合理的、科学的可信

区间之内,这样既可以减少工作人员的工作压力,又可以确保最后的结果的准确性。根据试验结果的不确定性,通常可以从三个方面来评判,即化学标准、综合标准、扩展不确定性。相较之下,以一种金精矿样品为例子,对其进行的研究主要集中在三个方面,即:天平称重质量、酸解后的溶剂体积和含量,并对其不确定度进行分析。所以,通过这样的分析方式,可以更好地检验试验得出结果的准确性,也可以保证矿石的研究结果是正确的。原矿中的金、银、铜、铅、锌等元素含量测定结果的不确定性主要体现在以下几个方面^[4]。

3.1 称量质量

在对矿物中的金、银、铜、铅、锌等元素进行分析时,由于试样的计量品质往往存在着不确定性,从而导致了测量结果的不准确。通过调查发现这些内容受到了以下两种影响:第一点,就是在检验天平的过程中,天平产生的不确定性;第二点,就是在称重的时候,因为外界的原因,天平发生了轻微的偏差。因此,在这种情形下,会造成试样的称重精度得不到满足。

3.2 定容容积

在对样品和标准溶液进行定容处理时,通常要用到容量瓶,而容量瓶是一种烧结成型的产品,在生产时,由于温度和浓度的差异,也会造成其尺寸上的微小误差,从而造成测量结果以及定容过程的误差。在样品定容过程中,容积引起的不稳定性实际上涉及了容量瓶中已知体积误差的不确定性。国家标准中建议容积瓶容量的误差及不确定度:100ml 容量的瓶子被界定为 A 类,如果按照 JJG116-2008 国家标准的规定,总体积的容许误差是 $\pm 0.0593\text{ml}$,如果合适的话,它的标准误差是 0.0058 毫克。由于温度改变与水温的修正不同步,导致了体积不确定性:假定实验室温度在 $\pm 5^\circ\text{C}$ 范围内变化,则水的生长系数为 $2.0 \times 10^{-4}/^\circ\text{C}$,要根据温度的均匀分配原理进行估算。

3.3 标准溶液配制

在制备标准溶液时,在电子秤上允许的最大误差与容积瓶在等体积处理期间允许的最大体积误差,这些因素都会给标准溶液的使用带来不确定性。标准溶液的不确定度,主要是因为是在配制标样时,一般采用的是相对纯度 0.9999 的参考物质。

3.4 滴定终点判断

在利用指示剂变色进行滴定终点判定时,因为每个人对变色的敏感性都不一样,所以在判定终点时,有些人会

出现深浅不一的现象,从而导致测定的结果出现偏差。同一人使用相同的指标进行化验时对于最终结果的判定也是不同的。

3.5 仪器设备

金银铜铅锌测定仪在金精矿金银铜铅锌的测定中应用较广,主要由水准管轴、横轴、竖轴等构成,金银铜铅锌仪在进行了对中和找正后,只要保证水平管轴线与竖轴垂直,视准轴与水平轴垂直,这样就可以得到较为精确的测试数据。在多变的环境下,金、银、铜、铅、锌测试仪器部件的大小会受到温度的影响,从而对仪器的准确度产生一定的影响。此外,在搬运过程中,由于受到震动和撞击等因素的影响,使得该仪器的各个部件之间的几何关系也会产生改变,这样就会造成视准轴、横轴偏差等较为严重的误差^[5]。

4 结束语

综上所述,在矿产资源的开发利用过程中,对金属矿石进行分析是非常重要的,它可以为采矿工作提供数据参考,也可以对矿产勘查、冶炼过程中的试样进行检验。X 射线荧光光谱法、原子吸收光谱法以及发射光谱分析法等在金精矿金银铜铅锌的测定中得到了广泛的应用,其中称量质量、定容容积、标准溶液配制以及滴定终点判断等对测定的不确定度有显著的影响。因此,目前的矿物化学专业人士需要继续研究实验技术,同时也要与国内外更全面、更有效的测定方法来对测定工作进行改进,用科技的方式为矿石金属分析和地质勘查工作保驾护航。

[参考文献]

- [1] 刘晓红,赵兰兰,柏述文. 矿石中金银铜铅锌的测定及不确定度研究[J]. 世界有色金属,2022(18):125-127.
 - [2] 陈德强. 矿石中金银铜铅锌的测定及不确定度探讨[J]. 世界有色金属,2022(9):151-153.
 - [3] 刘芬奇. 矿石中金银铜铅锌的测定及不确定度分析[J]. 化工管理,2020(1):106-107.
 - [4] 单广林. 矿石中金银铜铅锌的测定及不确定度探究[J]. 中国金属通报,2019(11):242-243.
 - [5] 王佳琦. 矿石中金银铜铅锌的测定及不确定度探讨[J]. 世界有色金属,2018(21):139-140.
- 作者简介: 刘晓宇(1987.9—),女,河南省灵宝市,2010年毕业于河南工业大学,本科工学学士,就职于灵宝黄金集团股份有限公司黄金冶炼分公司质检副科长,主要负责化验检测工作。