

# 团体标准

T/CSTM XXXXX—202X

## 钒钛磁铁矿 金量的测定 铅试金—电感耦合 等离子体质谱法

Vanadium Titanium Magnetite ore—Determination of gold contents—Lead  
fire assay and inductively coupled plasma mass spectrometric

(征求意见稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中关村材料试验技术联盟

发布



## 前 言

本文件参照 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》，GB/T 20001.4 《标准编写规则第 4 部分：试验方法标准》给出的规则起草。

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。

本文件由中国材料与试验团体标准化委员会钒钛综合利用标准化领域委员会（CSTM/FC20）提出。

本文件由中国材料与试验团体标准化委员会钒钛综合利用标准化领域委员会（CSTM/FC20）归口。

本文件为首次发布。



# 钒钛磁铁矿 金量的测定 铅试金—电感耦合等离子体质谱法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本文件描述了铅试金-电感耦合等离子体质谱法测定钒钛磁铁矿中的金含量的方法。

本文件适用于钒钛磁铁矿中金含量的测定，测定范围（质量分数）为 0.50 ng/g~5 000 ng/g。

## 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 602 化学试剂杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 4842 氩气

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线的容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器单标线吸量管

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法总则及一般规定

GB/T 37837-2019 四级杆电感耦合等离子体质谱方法通则

DZ/T 0130 地质矿产实验室测试质量管理规范

## 3 术语和定义

### 3.1 熔融

试料与氧化铅等配料混合，在还原条件下，于试金炉中熔融，铅捕集试料中的贵金属形成铅扣。

[来源：GB/T 3884.14—2012]

### 3.2 灰吹

灰吹是熔化并氧化使铅中的贱金属与贵金属分离，从而形成含有少量其他金属的金银合粒。

[来源：GB/T 3884.14—2012]

## 4 原理

钒钛磁铁矿试料经配料，高温熔融，获得含有贵金属的铅扣和易碎性的熔渣。将铅扣灰吹，获得金银合粒，用王水消解金银合粒，电感耦合等离子体质谱法测定溶液中金元素的含量。

## 5 试剂和材料

5.1 除非另有规定，在分析中均使用符合国家标准和分析纯化学试剂，所用纯水为符合 GB/T 6682 规定的三级水。

5.2 碳酸钠（ $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ）：无水，工业级，粉状。

5.3 碱式碳酸铅：工业级，制备见附录 C。

- 5.4 硼砂 ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ): 工业级, 熔融无水四硼酸钠。
- 5.5 面粉: 市售普通面粉。
- 5.6 盐酸:  $\rho \approx 1.18 \text{ g/mL}$ 。
- 5.7 王水: 将 3 份盐酸和 1 份硝酸 ( $\rho \approx 1.42 \text{ g/mL}$ ) 混合; 用时现配。
- 5.8 王水 (1+1): 取 50 mL 王水 (5.7) 缓慢加到 50 mL 水中, 混匀。
- 5.9 王水 (10+90): 取 10 mL 王水 (5.7) 缓慢加到 90 mL 水中, 混匀。
- 5.10 冰乙酸。
- 5.11 乙酸 (36+64): 取 36 mL 乙酸缓慢加到 50 mL 水中, 水定容 100 mL, 混匀。
- 5.12 硝酸 (1+1): 取 50 mL 硝酸 ( $\rho \approx 1.42 \text{ g/mL}$ ) 缓慢加到 50 mL 水中, 混匀。
- 5.13 硝酸银溶液 (10 mg/mL)

称取 1.574 8 g  $\text{AgNO}_3$  于 50 mL 小烧杯中, 加入 20 mL 水和 2 mL  $\text{HNO}_3$  ( $\rho \approx 1.42 \text{ g/mL}$ ), 微热完全溶解后, 移入 100 mL 棕色容量瓶中。

- 5.14 金标准储备溶液 (1.000 mg/mL)

准确称取 1.000 0 g 纯金于 50 mL 烧杯中, 加入 20 mL 新配制的王水 (5.7), 放在沸水浴上溶解并蒸发至小体积。移入 1 000 mL 容量瓶中, 加入王水 (5.7) 200 mL, 用水稀释至刻度, 摇匀备用。

- 5.15 金标准工作溶液

分取金标准储备溶液 (5.14), 用王水 (10+90) (5.9) 逐级稀释配制, 得到浓度为 0.00 ng/mL、0.50 ng/mL、1.00 ng/mL、5.00 ng/mL、10.00 ng/mL、20.00 ng/mL、50.00 ng/mL 金标准溶液。

- 5.16 铼标准储备溶液 (1.000 mg/mL)

准确称取 1.440 6 g 高纯铼酸铵, 置于烧杯中, 用水溶解, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀备用。

- 5.17 内标溶液 (20 ng/mL)

直接分取铼标准储备溶液 (5.16) 配制内标溶液, 溶液介质为硝酸 ( $\rho \approx 1.42 \text{ g/mL}$ ) (5+95)。

- 5.18 清洗溶液: 硝酸 (2+98)。

## 6 仪器和设备

- 6.1 电感耦合等离子体质谱仪

6.1.1 四级杆电感耦合等离子体质谱仪按 GB/T 37837-2019 规程操作, 金元素的测定工作参数见附录 B。

6.1.2 氩气: 应符合 GB/T 4842 要求, 体积分数  $\geq 99.99\%$ 。

- 6.2 常规铅试金设备

6.2.1 试金炉, 最高温度不低于 1 100  $^{\circ}\text{C}$ 。

6.2.2 瓷坩埚, 100 mL。

6.2.3 瓷坩埚, 10 mL

- 6.3 镁砂灰皿。

- 6.4 铁模。

- 6.5 控温电热板。

- 6.6 天平, 感量为 0.1 mg。

- 6.7 恒温水浴锅。

## 7 样品

- 7.1 试样制备

试样应通过 0.074 mm 孔筛, 并在 105  $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  干燥箱中预干燥 2 h, 置于干燥器中冷却至室温备用。

- 7.2 取样

采用多点多次取样的方式，从试样中分取试料。

## 8 试验步骤

### 8.1 试料

称取10 g样品（7），精确至0.1 g。

### 8.2 空白试验

随同试料做空白试验，平行测定三份，取其平均值。所用试剂应取自同一瓶，加入同等的量。

### 8.3 验证试验

随同试料分析同矿种、含量相近的标准物质。

### 8.4 分析试液的制备

#### 8.4.1 配料

称取试料（8.1）于 250 mL 锥形瓶中，加入 10 g 碳酸钠（5.2）、12 g 碱式碳酸铅（5.3）、10 g 硼砂（5.4）、3.5 g 面粉（5.5）进行配料，充分混匀，倒入瓷坩埚（6.2.2）中，并加入硝酸银溶液（5.13）5 滴。

#### 8.4.2 熔融

将已装好料的坩埚（6.2.2）放入已升温至 1 000 °C 的试金炉（6.2.1）中熔融，至反应停止（中途随时打开炉门观察，如有冒气泡，则微启炉门通风，待气泡冒尽反应物下沉后再关上炉门），取出，冷却，取出铅扣去除熔渣。

#### 8.4.3 灰吹

将铅扣放入已在 920 °C 预热 30 min 的镁砂灰皿（6.3）中，放入已升至 900 °C 试金炉（6.2.1）中，关闭炉门 1 min~2 min，待铅扣发亮后，微开炉门，于 900 °C 灰吹至铅全部除尽（金银合粒出现闪光），取出灰皿。

#### 8.4 试液制备

用镊子从灰皿中取出金银合粒，放入瓷坩埚（6.2.3）中，加入乙酸（5.11）溶液 0.5 mL，放在已预热的电板上微热至金银合粒上的沾染物溶脱。取出金银合粒，并用蒸馏水清洗干净。将金银合粒放入 10 mL 比色管，用 1 mL 硝酸（5.12）于沸水浴中至金银合粒消解完全，再加入 1 mL 盐酸（5.6）水浴加热至反应停止，冷却，定容，摇匀，备上机测定。

### 8.5 测定

按照仪器操作说明启动仪器，采用清洗溶液（5.18）清洗仪器及管路，预热 30 min 后，将仪器参数调试至最佳，按照附录 A 中的要求选择同位素和内标元素，在线引入内标溶液（5.17），分别测量金标准溶液（5.15）、分析试液（8.4）、空白试验溶液（8.2）及验证试验溶液（8.3）中各元素的计数值。

### 8.6 标准曲线的绘制

以金标准系列溶液的质量浓度为横坐标，标准溶液系列测定计数值为纵坐标，绘制校准标准曲线。从标准曲线上查得分析试液、空白试验溶液及验证试验溶液的元素质量浓度。

## 9 结果计算

按式（1）计算金元素的含量：

$$\omega(\text{Au}) = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m}$$

式中：

$\omega(\text{Au})$  ——钒钛磁铁矿样品中金元素含量，单位为微克每克（ $\mu\text{g/g}$ ）；

$\rho$ —测定溶液中金元素浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$\rho_0$ —实验室试剂空白溶液中金元素浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$V$ —测定溶液体积，单位为毫升（ $\text{mL}$ ）；

$M$ —被称取试样的质量，单位为克（ $\text{g}$ ）。

## 10 精密度

按照GB/T 6379.2，在重复性条件下获得的两个独立测试结果的绝对差值不超过重复性限（ $r$ ），超过重复性限（ $r$ ）的情况不大于5%，重复性限（ $r$ ）按表1所列方程式计算。用于试验的试样见附录B。

表 1 精密度

单位为纳克每克

元素	水平范围 $m$	重复性限 $r$	再现性限 $R$
Au	1.25~3.92	$r=0.0687m+0.2827$	$R=0.3326m+0.0748$
<b>注：</b> 表中 $m$ 为 $n$ 次测定含量平均值。			

## 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资料；
- b) 引用文件编号；
- 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操作。



附录 A  
(规范性)

## 分析同位素、内标和方法检出限

本部分测定元素的分析同位素、内标和方法检出限见表A.1。

表 A.1 分析同位素、内标和方法检出限

分析同位素	内标	方法检出限 <sup>a</sup> /(ng/g)
<sup>197</sup> Au	<sup>185</sup> Re	0.15

<sup>a</sup>方法检出限是指：测定样品流程空白11次，计算标准偏差，以3倍标准偏差计算检出限。

附录B  
(资料性)

以某四级杆电感耦合等离子体质谱仪为例的工作参数见B.1。

表 B.1 电感耦合等离子体质谱仪工作参考条件

工作参数	设定数值	工作参数	设定数值
RF 功率/W	1 300	观测点/峰	3
冷却气流量/ (L/min)	15.0	积分时间/ s	100
辅助气流量/ (L/min)	1.0	采样深度/ mm	7.5
雾化气流量/ (L/min)	0.7	分辨率/ amu	0.8
测量方式	跳峰	扫描次数/次	5

附录C  
(资料性附录)

粉状碱式碳酸铅的制备方法

称取 1.2 kg 氧化铅(5.3)，置于 5 000 mL 烧杯中，加 3 500 mL 自来水。在搅拌下加入 600 mL 硝酸 ( $\rho \approx 1.42 \text{ g/mL}$ ) 和 100 mL 冰乙酸(5.9)，搅拌 25 min。另外取 1 g 二苯基硫脲，溶于 15 mL 热的冰乙酸(5.9)中，趁热将此溶液倒入盛有铅盐溶液的烧杯中，继续搅拌 2 h。加入 1 g 活性炭，再搅拌 1 h，减压过滤。滤液盛于 20 L 塑料桶中，不溶物弃去。另取 800 g 碳酸钠(5.2)，溶解在 3 000 mL 热的自来水中。在搅拌状态下逐步把碳酸钠溶液加入铅盐溶液中，直至溶液的  $\text{pH} > 8$ 。放置澄清后，倾滤到布氏漏斗中，再用 15 L 自来水倾滤洗涤沉淀 3 次。把沉淀完全转移到布氏漏斗中，减压过滤，并用自来水洗涤沉淀 5 次，取出沉淀，于 150 °C 烘干，得到约 1.35 kg 碱式碳酸铅，研磨后备用。

附录 D  
(资料性)  
精密度试验用试样

精密度试验用试样见表D.1。

表 D.1 精密度试验用试样

元素/含量/ $10^{-9}$	A-1 四川攀枝花太和	A-2 四川攀枝花海堡幽	A-3 陕西紫阳	A-4 陕西岚皋	A-5 新疆巴楚
Au	2.73	2.02	2.24	1.25	3.92

附录E  
(资料性)

起草单位和主要起草人

本标准主要起草单位：中国地质科学院矿产综合利用研究所、攀钢集团攀枝花钢铁研究院有限公司、四川省地质矿产勘查开发局成都综合岩矿测试中心、青海省地质矿产测试应用中心、四川西冶检测科技有限公司、四川省冶金地质勘查局六〇五大队。

本标准主要起草人：绍坤、雷勇、刘淑君、张裕书、李刚、易建春、赵朝辉、潘钢、肖颖、余滔、刘力维、裴玲芳、石华、张明、杨劲松、钟郑飞、罗贵玉。

参考文献

- [1] 岩石矿物分析编委会. 岩石矿物分析（第三分册）[M]. 北京:地质出版社, 2011: 614-623.
- [2] 林玉南, 沈振兴, 胡金星. 小试金光谱法同时测定地质样品中超痕量铂钯金[J]. 岩矿测试, 1991, 10(4): 247-52.
-