

铅试金法中铅扣质量影响因素及优化研究

吕高兴^{1,2,3}, 张涛^{1,2,3}, 孙萍^{1,2,3}, 邢全林^{1,2,3}, 郭家兴^{1,2,3}

(1. 山东省地质矿产勘查开发局第六地质大队; 2. 自然资源部深部金矿勘查开采技术创新中心;

3. 山东省深部金矿探测大数据应用开发工程实验室)

摘要:对铅试金法中铅扣质量的影响因素进行了深入探讨,通过实验分析了有效硫、固定碳含量,面粉种类及用量,硝酸钾加入量等对铅扣质量的具体影响。实验结果表明:铅扣质量主要取决于样品中有效硫和固定碳的含量,在称样量为15 g条件下,样品含有效硫每增加1%,铅扣质量增加约3.2 g;固定碳每增加1%,铅扣质量增加约4.6 g;使用面粉和硝酸钾控制铅扣质量时,每增加1 g面粉,铅扣质量增加约11.6 g;每增加1 g硝酸钾,铅扣质量减少约3.6 g。基于实验结果,推导出还原力计算公式,并优化了铅扣配料组成。验证实验显示,优化后的配料方案可使铅扣质量均控制在20~40 g,一次试金成功率提升至90%以上。在日常检测中应用此优化方案,铅扣质量合格率从76.7%提高至95.3%,显著提升了检测效率和准确性。

关键词:铅试金法;有效硫;固定碳;铅扣质量;配料;还原力

中图分类号:TD926.3

文献标志码:A

文章编号:1001-1277(2025)10-0124-04

doi:10.11792/hj20251018

引言

铅试金法是测定矿石中金、银等贵金属元素的经典方法,通过高温熔融样品,使贵金属与铅等贱金属形成合金,即铅扣,随后通过灰吹等步骤分离金。铅试金法不仅具有操作简单、结果准确的优点,而且也是目前公认的国际仲裁方法^[1-2],在贵金属含量分析中发挥着重要作用。在铅试金法中,铅扣质量是确保分析结果准确的关键因素之一。铅扣作为富集贵金属的载体,其质量大小直接影响贵金属富集效果和后续分析准确性^[3]。一般来说,铅扣质量应控制在20~40 g,如果铅扣质量过小,可能导致贵金属富集不完全,造成检测结果偏低;反之,如果铅扣质量过大,则容易造成过量液态铅从灰皿中溢出,不仅增加后续分析难度,而且还可能因铅扣中贱金属含量过高而影响结果的准确性^[4-6]。

在铅试金法中,为获得质量适宜的铅扣,主要采用测定法^[7-10]与计算法^[11-12]来确定配料组成。测定法依赖于经验调整,通常需要2次甚至是更多次实验;计算法先测定样品中总硫含量,然后根据经验公式计算配料组成,可以一次性获得合适质量的铅扣,是目前主要使用的方法。但是,实际样品分析中,常出现铅扣质量过大或过小问题,不利于后续分析工作的顺

利开展。这也表明,仅依据样品中总硫含量来计算铅扣的配料组成可靠性不高,尤其对于一些复杂试样,除总硫外,还可能存在其他多种因素共同影响铅扣质量^[13]。

本研究深入探究铅试金法中影响铅扣质量的主要因素,通过分析样品中有效硫、固定碳等关键成分的含量,研究了碳、硫的种类和含量,以及面粉、硝酸钾等配料用量对铅扣质量的影响。基于实验结果,推导出还原力计算公式,优化了铅扣配料组成,以提高铅试金法的一次试金成功率,提高检测效率。

1 实验部分

1.1 仪器设备

KTSJ-18PF 火试金熔样炉(烟台凯拓电炉科技有限公司):最高加热温度1300℃;BSA822 电子天平(赛多利斯公司):精度0.01 g;黏土坩埚:高120 mm,上部直径80 mm,下部直径50 mm。

1.2 试剂

碳酸钠:工业纯,粉状,中盐化工股份有限公司生产;氧化铝:工业纯,粉状,株洲冶炼集团股份有限公司生产;硼砂:工业纯,粉状,青海盐湖工业股份有限公司生产;玻璃粉:粒度 ≤ 0.18 mm,山东玻纤集团股份有限公司生产;二氧化硅:工业纯,粉状,湖北宜昌

收稿日期:2025-04-18; 修回日期:2025-05-25

基金项目:山东省重点研发计划(重大科技创新工程)项目(2023CXGC011001);山东省第六地质矿产勘查院青年科技创新基金项目(LY-QK-202207)

作者简介:吕高兴(1989—),男,工程师,从事岩矿测试工作;E-mail:lvgx296018@163.com

石英砂矿业有限公司生产;硝酸钾:工业纯,粉状,四川美丰化工股份有限公司生产;玉米面粉:市售“金龙鱼”牌,益海嘉里金龙鱼粮油食品集团股份有限公司生产;可溶性淀粉:分析纯,天津市科密欧化学试剂有限公司生产;小麦面粉:市售“五得利”牌,五得利面粉集团有限公司生产。

1.3 实验样品

为考察实验样品成分对铅扣质量的影响,选取 14 个样品,准确测定各样品中总碳、固定碳、有效硫和总硫含量,结果如表 1 所示。

表 1 实验样品成分分析结果

Table 1 Analysis results of experimental sample compositions

试样编号	w(总硫)/%	w(有效硫)/%	w(总碳)/%	w(固定碳)/%
1	0.03	—	0.06	—
2	17.70	17.12	0.44	0.12
3	0.11	—	9.42	0.08
4	0.09	—	7.52	0.08
5	0.06	—	5.42	0.09
6	0.08	—	10.35	10.28
7	0.07	—	6.85	6.76
8	0.08	—	4.75	4.54
9	17.38	0.02	0.11	—
10	12.14	0.03	0.11	—
11	7.14	0.05	0.17	—
12	14.83	14.78	0.02	—
13	11.28	11.05	0.04	—
14	5.23	5.11	0.07	—

1.4 实验方法

1)配料与混合。精确称取 15 g 待测样品,置于黏土坩埚内,依次加入 80 g 氧化铅、40 g 无水碳酸钠、15 g 二氧化硅和 5 g 硼砂;根据待测样品的还原能力,灵活调整面粉或硝酸钾的加入量。搅拌均匀后,覆盖厚约 10 mm 的覆盖剂(由无水碳酸钠和硼砂按质量比 2:1 混合而成)。

2)熔炼。将装有混合物的黏土坩埚置于已预热至 800 ℃的熔融电炉中,按照设定的升温程序,将炉温升至 950 ℃并保温 15 min,继续升温至 1 150 ℃,并保温 10 min,出炉。

3)铅扣制备与分离。从熔融电炉中取出黏土坩埚,平稳地旋转数次,并在铁板上轻轻敲击,使附着在坩埚壁上的铅珠下沉至熔体底部。将熔融物小心且迅速地全部倒入已预热的铸铁模中,待铸铁模完全冷却后,轻轻敲击模具,将铅扣与熔渣分离。利用电子天平准确称量铅扣质量。

2 结果与讨论

2.1 面粉种类和用量的影响

目前的检验标准对面粉种类没有要求,但不同种类的面粉成分差异较大,从而造成面粉还原力的差异,影响铅扣质量。为探究面粉种类对铅扣质量的影响,实验选用试样 1,分别加入 3 种面粉,加入量均为 0,1,2,3,4 g,按照实验方法进行测定,结果如表 2 所示。由表 2 可知:随着面粉加入量的增加,铅扣质量不断增加,且呈现非常明显的正相关关系;面粉每增加 1 g,铅扣质量增加约 11.6 g,与文献[14]相符。不同类型面粉条件下,铅扣质量有所差异,但不明显。

表 2 不同种类面粉对铅扣质量的影响

Table 2 Effect of different types of flour on the mass

of lead buttons				
面粉种类	面粉加入量/g	铅扣质量/g	拟合曲线	相关系数 R^2
玉米面粉	0	0	$y=11.72x-0.49$	0.998
	1	11.26		
	2	21.74		
	3	35.02		
	4	46.71		
可溶性淀粉	0	0	$y=11.73x-0.93$	0.996
	1	8.92		
	2	23.07		
	3	35.07		
	4	45.58		
小麦面粉	0	0	$y=11.52x-0.78$	0.991
	1	10.25		
	2	22.74		
	3	31.14		
	4	47.16		

2.2 硝酸钾加入量

实验选用试样 2 进行铅试金,控制硝酸钾加入量分别为 0,3,6,9,12,15 g,考察硝酸钾加入量与铅扣质量的关系,结果如表 3 所示。由表 3 可知:随硝酸钾加入量的不断增加,铅扣质量逐渐减小;硝酸钾每增加 1 g,铅扣质量减少约 3.6 g。这可能是由于硝酸钾在高温下分解产生氧气,与铅扣中部分成分发生化学反应,生成挥发性物质或可溶于熔剂的化合物,铅扣质量降低^[15-16]。

表 3 硝酸钾加入量对铅扣质量的影响

Table 3 Effect of KNO_3 dosage on the mass of lead buttons

硝酸钾加入量/g	铅扣质量/g	拟合曲线	相关系数 R^2
0	55.77	$y=-3.62x+55.10$	0.998
3	44.17		
6	33.03		
9	21.88		
12	11.03		
15	1.92		

2.3 碳种类及含量

实验选用试样3~8进行铅试金,不加入面粉和硝酸钾,考察碳种类及含量与铅扣质量的关系,结果如表4所示。由表4可知:铅扣质量与样品中固定碳含量存在较为显著的正相关关系,而与无机碳含量无显著关联。在称样量恒定为15 g的条件下,固定碳质量分数每增加1%,铅扣质量相应增加约4.6 g。这可能是由于固定碳在高温熔炼过程中具有还原性,与氧化铅反应,进而增加了铅扣质量。而无机碳(如碳酸盐等)在高温下易分解产生气体逸出,对铅扣质量的影响较小^[17-18]。

表4 碳种类及含量对铅扣质量的影响

Table 4 Effect of carbon type and content on the mass of lead buttons

试样编号	w(总碳)/%	w(固定碳)/%	w(总硫)/%	铅扣质量/g
3	9.42	0.08	0.11	0
4	7.52	0.08	0.09	0
5	5.42	0.09	0.06	0
6	10.35	10.28	0.08	49.17
7	6.85	6.76	0.07	29.72
8	4.75	4.54	0.08	20.81

2.4 硫种类及含量

实验选用试样9~14进行铅试金,不加入面粉和硝酸钾,考察硫种类及含量与铅扣质量的关系,结果如表5所示。由表5可知:铅扣质量主要受样品中有效硫含量的影响。在称样量为15 g条件下,含有效硫每增加1%,铅扣质量增加约3.2 g。原因可能是有效硫的硫价态较低,具有还原性,在高温熔炼条件下与氧化铅反应生成铅,增加了铅扣质量^[19-20]。

表5 硫种类及含量对铅扣质量的影响

Table 5 Effect of sulfur type and content on the mass of lead buttons

试样编号	w(总硫)/%	w(有效硫)/%	w(总碳)/%	铅扣质量/g
9	17.38	0.02	0.11	0
10	12.14	0.03	0.11	0
11	7.14	0.05	0.17	0
12	14.83	14.78	0.02	47.03
13	11.28	11.05	0.04	37.64
14	5.23	5.11	0.07	16.75

3 铅扣配比优化与实验验证

3.1 还原力计算公式的推导

根据实验结果,铅扣质量主要受样品中有效硫和

固定碳含量的影响,而在使用传统算法进行试金配料时仅考虑样品中总硫含量的影响。在称样量为15 g,控制铅扣质量为30 g的情况下,样品含有效硫每增加1%,铅扣质量增加约3.2 g;固定碳每增加1%,铅扣质量增加约4.6 g。同时,每增加1 g面粉,铅扣质量增加约11.6 g;每增加1 g硝酸钾,铅扣质量减少约3.6 g。还原力计算公式为:

$$F = 4.6w(\text{固定碳}) + 3.2w(\text{有效硫}) \quad (1)$$

若 $F < 30$,则加入面粉,面粉加入量为: $m(\text{面粉}) = (30 - F)/11.6$;若 $F > 30$,则加入硝酸钾,硝酸钾加入量为: $m(\text{硝酸钾}) = (F - 30)/3.6$ 。

3.2 配料优化方案

根据还原力计算公式,确定铅试金法中配料组成的优化方案。具体来说,根据样品中固定碳和有效硫含量,计算出样品的还原力,之后确定需要加入的面粉或硝酸钾的量。为了验证该优化方案的有效性,选取不同固定碳和有效硫含量的8个样品进行实验,结果如表6所示。

表6 配料优化方案验证结果

Table 6 Verification results of the optimized batching scheme

w(固定碳)/%	w(有效硫)/%	还原力	配料及用量/g	铅扣质量/g
2.27	4.12	23.6	面粉0.55	30.2
4.18	8.21	45.5	硝酸钾4.31	33.6
3.75	2.66	25.8	面粉0.36	25.8
1.84	3.57	19.9	面粉0.87	27.1
7.25	6.58	54.4	硝酸钾6.78	37.4
3.53	10.28	49.1	硝酸钾5.31	34.5
3.10	10.48	47.8	硝酸钾4.94	32.9
2.19	4.62	24.9	面粉0.44	28.5

由表6可知:采用优化后的配料方案,所有样品的铅扣质量均控制在理想范围,即20~40 g。这表明优化方案能够准确反映样品中有效成分对铅扣质量的影响。

3.3 实际样品检测

选取一定数量的金矿石样品进行实验,分别按照国标方法^[8]和本文计算公式进行配料,以铅扣质量20~40 g为合格,结果如表7所示。由表7可知,使用本文计算公式进行配料,极大提高了一次试金成功率,提升了检测效率和准确性,避免了时间和试剂的浪费。

表7 2种配料方式的铅扣质量合格率

Table 7 Pass rate of lead button mass under 2 batching methods

配料方式	样品数量	一次试金合格数量	一次试金合格率/%
标准计算公式	215	165	76.7
本文计算公式		205	95.3

4 结 语

研究深入探究了铅试金法中影响铅扣质量的主要因素,并通过一系列实验,证实了样品中有效硫、固定碳含量,面粉种类和用量,硝酸钾加入量对铅扣质量的影响。推导出还原力计算公式,优化了铅扣配料组成。结果表明,采用优化后的配料方案,样品的铅扣质量均有效控制在理想范围,即20~40 g。将该计算公式运用到金矿石样品的日常检测中,取得了很好的效果,相较于国标方法,一次试金合格率从76.7%提升至95.3%。本研究提出的优化方法为控制铅试金法中铅扣质量提供了有效途径,具有良好的实际应用价值。

[参 考 文 献]

- [1] 张彬. 铅试金法测金过程中干扰元素的研究[D]. 长沙:长沙矿冶研究院, 2016.
- [2] 陈永红, 孟宪伟, 张雨, 等. 2015—2016年中国金分析测定的进展[J]. 黄金, 2018, 39(1): 81-88.
- [3] 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.
- [4] 赵凯, 郝明阳, 赵可迪, 等. 火试金重量法测定含铋矿物中金、银[J]. 化学分析计量, 2024, 33(8): 84-90.
- [5] 王佳俊, 陈永红, 芦新根, 等. 含铂和钯的冰铜中银量的测定方法研究[J]. 云南冶金, 2024, 53(5): 116-121.
- [6] 王啸, 李荣华, 甘黎明, 等. 硼氢化钾分离-铅试金重量法测定高铋铋物料中金[J]. 冶金分析, 2024, 44(8): 72-77.
- [7] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 铜精矿化学分析方法 第14部分: 金和银量测定火试金重量法和原子吸收光谱法: GB/T 3884.14—2012[S]. 北京: 中国标准出版社, 2012.
- [8] 国家市场监督管理总局, 国家标准化管理委员会. 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—2019[S]. 北京: 中国标准出版社, 2019.
- [9] 国家市场监督管理总局, 国家标准化管理委员会. 金矿石化学分析方法 第1部分: 金量的测定: GB/T 20899.1—2019[S]. 北京: 中国标准出版社, 2019.
- [10] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 铅精矿化学分析方法 银量和金量的测定 铅析或灰吹火试金和火焰原子吸收光谱法: GB/T 8152.10—2006[S]. 北京: 中国标准出版社, 2006.
- [11] 喻生洁, 杨红玉, 吕庆成, 等. 火试金富集在电感耦合等离子体原子发射光谱法测定镍矿石中金铂钯中的应用[J]. 冶金分析, 2024, 44(2): 55-59.
- [12] 陈林. 铅试金富集称量法测定含铜物料中金和银[J]. 云南冶金, 2022, 51(1): 116-119.
- [13] 芦新根, 赵可迪, 王佳俊. 火试金法测定银量的银补正方法[J]. 黄金, 2020, 41(10): 81-84, 88.
- [14] 赵一帆, 肖芳, 毛香菊, 等. 铅试金-激光剥蚀电感耦合等离子体质谱法测定地球化学样品中痕量铂钯[J]. 冶金分析, 2024, 44(7): 34-41.
- [15] 闫琼琼. 铅阳极泥火试金法过程中贱金属的行为与控制[J]. 有色冶金节能, 2022, 38(1): 22-24, 35.
- [16] 何炼, 肖刚. 火试金富集-重量法测定冰铜中金[J]. 冶金分析, 2013, 33(3): 69-72.
- [17] 邵坤, 朱志敏, 范建雄, 等. 铅试金-电感耦合等离子体质谱法测定斑岩铜矿中金铂钯[J]. 冶金分析, 2022, 42(12): 36-44.
- [18] 姚明星, 毛香菊, 郭晓瑞, 等. 银保护灰吹铅试金-高分辨率连续光源火焰原子吸收光谱法测定铁粉中痕量金[J]. 冶金分析, 2022, 42(8): 48-54.
- [19] 邵坤, 范建雄, 李刚, 等. 铅试金-电感耦合等离子体原子发射光谱法测定高镍铋中金铂钯[J]. 冶金分析, 2021, 41(10): 49-56.
- [20] 林英玲. 铅试金重量法测定铜精矿中金和银[J]. 冶金分析, 2017, 37(12): 59-64.

Influencing factors and optimization of lead button mass in lead fire assay method

Lü Gaoxing^{1,2,3}, Zhang Tao^{1,2,3}, Sun Ping^{1,2,3}, Xing Quanlin^{1,2,3}, Guo Jiaxing^{1,2,3}

(1. No. 6 Geological Team of Shandong Provincial Bureau of Geology and Mineral Resources;

2. Technology Innovation Center for Deep Gold Exploration and Mining, Ministry of Natural Resources;

3. Shandong Engineering Laboratory for Big Data Application and Development of Deep Gold Detection)

Abstract: The factors influencing lead button mass in the lead fire assay method were thoroughly investigated. Experiments were conducted to analyze the specific effects of effective sulfur, fixed carbon content, type and dosage of flour, and potassium nitrate addition on lead button mass. Results indicate that lead button mass primarily depends on the effective sulfur and fixed carbon content in the sample. Under a sample weight of 15 g, for every 1 % increase in effective sulfur, the lead button mass increases by approximately 3.2 g; for every 1 % increase in fixed carbon, the mass increases by about 4.6 g. When flour and potassium nitrate are used to control lead button mass, for every 1 g increase in flour, the lead button mass increases by approximately 11.6 g; for every 1 g increase in potassium nitrate, the mass decreases by about 3.6 g. Based on the experimental results, a formula for calculating reducing power is derived, and the lead button ingredient composition is optimized. Verification experiments show that the optimized ingredient scheme can control lead button mass within 20–40 g, with the success rate of the first assay increasing to over 90 %. Applying this optimized scheme in daily testing improves the qualified rate of lead button mass from 76.7 % to 95.3 %, significantly enhancing testing efficiency and accuracy.

Keywords: lead fire assay; effective sulfur; fixed carbon; lead button mass; ingredient; reducing power