

Gold Content in High Sulfur Carbon Copper Concentrate Was Determined by Oxidation Baking Fire Test Method

Zongwen Lou Bin Song Xuewen Cai

Chuxiong Dianzhong Nonferrous Metals Co., Ltd., Chuxiong, Yunnan, 675000, China

Abstract

The fire assay method is used to determine the high sulfur carbon copper concentrate, the lead buckle is large after the normal ingredients are melted at high temperature, which makes it impossible to determine the gold content, this paper through the test, the oxidation roasting fire assay method is used to determine the gold content in the high sulfur carbon copper concentrate, the principle is that the high sulfur carbon copper concentrate is first roasted in a muffle furnace at 400 °C ~600 °C to oxidize the sulfur, carbon and other reducing substances in the copper concentrate, then transfer it to clay crucible for fire assay analysis of gold. The results showed that the recovery was 98.5%~103%, and the relative standard deviation (RSD) was 2.5%, the method had the advantages of less interference, good precision and high accuracy, it was suitable for the determination of gold content when the sulfur and carbon content in copper concentrate was high.

Keywords

oxidation baking; fire test; high sulfur carbon; gold content

氧化焙烧—火试金法测定高硫碳铜精矿中金含量

娄宗文 宋斌 蔡学文

楚雄滇中有色金属有限责任公司, 中国·云南 楚雄 675000

摘要

用火试金法测定高硫碳铜精矿, 正常配料高温熔融后铅扣较大, 导致无法测定金的含量, 论文通过试验, 采用氧化焙烧—火试金法测定高硫碳铜精矿中的金含量, 其原理是高硫碳铜精矿先在400°C~600°C的马弗炉中焙烧, 把铜精矿中的硫、碳等还原性物质氧化, 后转移至黏土坩埚中进行火试金法分析金。试验结果加标回收率在98.5%~103%, 相对标准偏差(RSD) 2.5%, 该方法干扰少、精密度高、准确度高, 适用于铜精矿中硫碳含量高时金含量的测定。

关键词

氧化焙烧; 火试金; 高硫碳; 金含量

1 引言

铜精矿中硫、碳具有较强的还原力。目前, 化验室只有硫含量检测, 未开展碳含量检测, 当铜精矿中含有大量的硫、碳等还原性物质时, 在进行火试金法测定铜精矿中的金含量仅根据硫含量难以控制铅扣量, 按照常规方法加大四氧化三铅用量, 增加氧化性试剂控制铅扣量, 既增加了成本又降低了硅酸度, 论文通过试验, 把样品先置于 400°C ~600 马弗炉中氧化焙烧, 样品中的硫、碳等还原性物质被氧化后再进行常规的火试金法测定, 取得了一定效果, 测定结果精密度好、准确度高。

【作者简介】娄宗文(1987-), 男, 中国云南玉溪人, 本科, 工程师, 从事矿物含量的检测及检测方法的研究与作用等研究。

2 试验部分

2.1 试剂

四氧化三铅: 工业纯, 粉状(Au < 0.01g/t, Ag < 0.5g/t)。

碳酸钠: 工业纯, 粉状。

硼砂: 工业纯, 粉状。

二氧化硅: 工业纯, 粉状。

面粉: 粉状。

覆盖剂: 碳酸钠与硼砂质量比为 3 : 1, 混合。

硝酸(1+7)(1+1): 优级纯, 不含氯离子。

硝酸镁: 分析纯, Au < 0.01g/t。

2.2 仪器

试金坩埚: 材质为耐火黏土, 高 130mm, 顶部外径 90mm, 底部外径 50mm, 容积约 300mL。

灰皿: 顶部内径约 30mm, 底部外径约 40mm, 高约 30mm, 深约 17mm。

分析天平：感量 0.01g。

分析天平：型号 MX5 感量 0.001mg，梅特勒—托利多。

试金电炉：型号 SX2-40-17，最高加热温度为 1350℃。

箱式电炉：最高加热温度为 1200℃。

马弗炉：最高加热温度为 1000℃。

焙烧皿：耐火陶瓷。

2.3 试样

试验样来自进厂铜精矿，通过荧光光谱仪 (XRF) 对该批铜精矿进行分析，主要含有铜、硫、铁，其余为砷、铅、锌、铋、铊、硅；该批试样在采用 GB/T 3884.1—2012 铜含量测定时，发现加酸溶解过程中有大量黑渣，判断为碳含量较高，通过送外检对碳含量进行测定，测定结果见表 1。

表 1 铜精矿成分 (%)

元素含量 (%)	Cu	S	Fe	As	Pb	Zn	Sb	Bi	C	Si
	7.98	33.28	46.49	1.45	1.42	2.70	0.66	0.31	25.66	2.23

该批次铜精矿中，硫碳等元素含量较高。

2.4 实验内容

2.4.1 氧化焙烧

在焙烧皿底部均匀铺上 2~3g 二氧化硅，称取高硫碳铜精矿 15g (精确至 0.01g) 与称取 1/10 试样量的硝酸镁混合后置于焙烧皿中，放入事先升温至 400℃ 的马弗炉中焙烧 1h，逐步缓慢将马弗炉温度升至 600℃ 后保持 1h，在焙烧过程中每 30min 搅拌一次，焙烧后的铜精矿硫含量为 6%~8%。焙烧结束后从马弗炉中小心取出焙烧皿，冷至室温，随同做空白^[1]。

2.4.2 火试金法测定

把冷至室温的焙烧皿中的试样小心转移至黏土坩埚中，根据焙烧后铜精矿中的还原力加入 3.0g 淀粉，按照 GB/T 3884.2—2012 铜精矿化学分析方法第 2 部分：金和银量的测定进行检测。

3 结果与讨论

3.1 焙烧温度的控制

铜精矿中的硫焙烧温度采用梯度升温，从 400℃ 逐步缓慢升至 600℃，通过采用本方法对 ST-1 至 ST-5 五个试样从 300℃、400℃、500℃、600℃、700℃、800℃ 六个温度段进行焙烧后分析，统计铅扣重量，结果见表 2。

表 2 不同焙烧温度铅扣重量

	焙烧温度 (°C)	300	400	500	600	700	800
ST-1	铅扣重量 (g)	85	63	58	42	39	32
ST-2		76	66	52	45	40	38
ST-3		69	61	57	41	34	29
ST-4		83	68	54	44	30	25
ST-5		77	58	52	43	37	32

正常铅扣重量应控制在 30~45g。从表 2 可以看出，焙烧温度在 600℃~700℃ 时，铅扣重量符合要求；在焙烧温度

低于 600℃ 时，铅扣重量整体偏大；而焙烧温度高于 600℃ 时，铅扣重量降低。焙烧温度低于 600℃ 时，试样中硫、砷、碳、铋部分开始氧化，试样中仍然具有很强还原性，按照本方法配料加入 3g 面粉分析时，试样中的还原能力更强，导致铅扣偏大；当焙烧温度高于 600℃ 时，虽然铅扣重量正常，但试样结块严重，在配料时，试样不均匀，富集不完全，导致结果偏低；在 600℃ 时，试样中的硫、碳已经充分形成氧化物，同时部分砷、铋也挥发除去，试样中的还原能力下降，通过外部添加还原剂达到控制铅扣重量，因此焙烧温度控制在 600℃ 为宜^[2]。

3.2 焙烧时间的控制

按照本方法对 ST-1 至 ST-5 五个试验样在 600℃ 时进行不同焙烧时间试验，统计铅扣重量，结果见表 3。

表 3 不同焙烧时间铅扣重量

	焙烧时间 (min)	10	20	30	40	50	60	70	90	100
ST-1	铅扣重量 (g)	65	58	59	48	39	39	36	33	32
ST-2		70	60	51	50	46	39	36	34	32
ST-3		69	58	59	47	43	41	40	38	36
ST-4		72	58	59	50	47	43	42	40	40
ST-5		75	66	59	48	41	38	34	34	32

铜精矿中硫、碳等含量不同、理化性质不一样，在焙烧时不可能同时一起除去，从表 3 可以看出，在 600℃ 焙烧时间控制在 50min 以上铅扣重量符合要求，同时随着时间的推移，铅扣重量变化不大，说明铜精矿中的硫、碳等已除去。但从分析效率和成本考虑，焙烧时间控制在 60min，既可以控制铅扣重量，又能提高分析效率。

3.3 硝酸镁和二氧化硅的控制

选用编号为 GY 的高硫碳管理样按照本方法加入不同硝酸镁的量进行试验，测定金含量见表 4。

表 4 金含量 (g/t)

加入硝酸镁 (g)	Au 测定结果 (g/t)	定值 (g/t)	差值
0.0	3.61	4.53	-0.92
0.5	3.75		-0.78
1.0	4.15		-0.38
1.5	4.49		-0.04
2.0	4.38		-0.15
2.5	4.12		-0.41
3.0	3.99		-0.54

从表 4 金含量测定结果分析，硝酸镁加入量为 1.5g，即为试样量的十分之一效果最好，此时金测定结果与定值差距最小。焙烧时，在试样中需要加入硝酸镁，硝酸镁分解生成的氧气能加速氧化试样中的硫化物，同时硝酸镁分解后的产物氧化镁在高温作用下可以使试样疏松，不易结块。反应式为 $Mg(NO_3)_2 \rightarrow MgO + N_2O + O_2$ ；若硝酸镁量加入过少，提供的氧量减少，试验在焙烧过程中结块，火试金法配料时试样混样不均匀，高温熔融富集不完全，导致基金损失；硝酸

镁加入量过多，氧量增加，试样在焙烧过程中容易喷溅，影响分析结果，同时生成的氧化镁会增加整体铜精矿熔样时的熔点。

在焙烧皿底部铺上 2~3g 二氧化硅，可以避免试样与焙烧皿底部粘连，减少在焙烧结束后转移时的损失。

3.4 方法精密度与准确度的考察

3.4.1 精密度试验

选择 ST-5 试样，在相同的试验条件下，分别独立进行 11 次测定，进行精密度考察，计算相对标准偏差，试验结果见表 5。

表 5 精密度试验

试样编号	Au 测量值 (g/t)	平均值 (g/t)	RSD (%)
ST-5	2.40	2.47	2.50
	2.53		
	2.40		
	2.47		
	2.53		
	2.53		
	2.40		
	2.53		
	2.40		
	2.40		
	2.47		

由表 5 金含量的测定结果显示，采用先焙烧后再进行火试金法分析得出的值精密度高，相对标准偏差为 2.5%，重现性和稳定性好。

3.4.2 准确度试验

选择编号为 ST-1 至 11 的 11 个试样分别采用本方法和火焰原子吸收光谱法进行测定比对，测定结果见表 6，同时从这 11 个试样中随机选出 4 个试样进行加标回收率试验，结果见表 7。

表 6 准确度试验

试样编号	Au (g/t)		
	焙烧—火试金法	原子吸收法	差值
ST-1	2.13	2.06	0.07
ST-2	3.47	3.61	-0.14

续表

试样编号	Au (g/t)		
	焙烧—火试金法	原子吸收法	差值
ST-4	3.33	3.58	-0.25
ST-5	2.53	2.49	0.04
ST-6	1.07	1.27	-0.20
ST-7	1.33	1.36	-0.03
ST-8	1.20	1.29	-0.09
ST-9	1.87	2.01	-0.14
ST-10	1.67	1.77	-0.10
ST-11	2.87	2.94	-0.07

表 7 回收率试验

试样编号	Au 含量 (g/t)	加标量 (mg)	加标测定值 (g/t)	回收率 (%)
ST-1	2.13	0.030	4.11	99.0
ST-4	3.33	0.030	5.39	103.0
ST-5	2.53	0.030	4.50	98.5
ST-8	1.27	0.030	3.28	100.5

表 6、表 7 的试验数据表明：此分析方法测定高硫碳铜精矿中的金含量准确度均较好，加标回收率为 98.5%~103%，可以满足分析要求^[3]。

4 结语

综上所述，测定高硫碳铜精矿中金含量时采用氧化焙烧—火试金法，焙烧温度控制在 600℃，焙烧时间控制在 60min，硝酸镁加入量为试样量的十分之一，试验结果精密度 RSD 为 2.5%，回收率在 98.5%~103% 之间，该方法准确、可靠。焙烧过程有以下优点：

第一，不需要测定样品中还原性物质(如硫、碳)的含量，焙烧后直接加入固定还原剂。

第二，在氧化硫碳的同时，有效地除去砷、锑杂质元素含量，减少砷、锑对后续分析过程的干扰。

参考文献

- [1] GBT 3884.2—2012 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[S].
- [2] GBT 3884.14—2012 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[S].
- [3] 谭春梅.处理高砷铜精矿的火法冶金处理技术[J].中国有色冶金,2016(4):1-6.