

技術移転手法事例研究

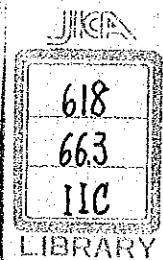
地域	中南米	分野	鉱工業
	パナマ	3610	化学工業
			402020

# 化学分析に関する専門家活動報告 (パナマ)

個別派遣専門家活動報告シリーズ — 33 —

昭和60年3月

国際協力事業団  
国際協力総合研修所



総研
J R
85 - 7



# 技術移転手法事例研究

地	中	南	米	分	鉦	工	業
域	パナマ		3610	野	化学工業		402020

## 化学分析に関する専門家活動報告 (パナマ)

個別派遣専門家活動報告シリーズ — 33 —

専門家氏名： <sup>ワクナベ</sup> 渡辺 <sup>アサヒ</sup> 優  
担当分野： 化学分析の指導  
派遣期間： 昭和57年4月20日～昭和59年4月25日  
派遣国： パナマ共和国  
派遣機関： 商工省鉦物資源局  
本邦所属先： 三井金属鉦業株式会社

本シリーズは、国際協力総合研修所の調査研究活動の一環として実施している技術移転手法事例研究のうち個別派遣専門家の現地活動について、要請の背景、業務の範囲と内容、業務の達成と具体的成果及び技術移転手法の実際例をとりまとめたものである。

なお、作成に当っては、専門家本人による執筆原稿を統一的な記入要領に基づき多少加筆修正した。

JICA LIBRARY



1053093[9]

国際協力事業団	
受入 月日 '85. 9. 13	618
登録No. 11909	663
	11C

# 目 次

## 序 文

1. 要請の内容と協力の背景	1
1-1 要請の内容	1
1-2 協力の背景	1
(1) 地下資源の開発調査	1
(2) 試験研究および訓練設備の整備拡充	1
1-3 協力要請と協力実施の意義	2
1-4 専門家業務の位置づけ	2
2. 要請業務と実施業務の範囲・内容についての対比における業務実施概要	4
2-1 要請業務と実施業務	4
2-2 業務および技術環境条件	5
3. 業務項目別目標設定と達成および具体的成果	7
3-1 化学分析の指導	7
(1) 金、銀試金分析の指導	7
(2) 原子吸光分析の指導	8
(3) 蛍光X線分析の指導	9
(4) その他の分析法の指導	10
3-2 CIMMPA分析棟の設計指導	10
4. 業務と技術移転の実際例	13

〔参考〕 試金分析法の一例 — 基準ルツボ法 Flow Sheet —



## 序 文

1980年3月に、当時のパナマ共和国ロヨ大統領とわが国の大平総理大臣との会談により、パナマ共和国に『鉱物冶金研究センター（仮称）、Centro de Investigaciones Minero Metalurgico de Panamá（略称CIMMPA）』を設立し、わが国が応分の援助をすることが話し合われた。

そのためわが国は、このCIMMPAプロジェクトを推進することを目的に、パナマ側の受け入れ体勢を援助するために、1980年4月から冶金および分析部門の専門家をそれぞれ派遣して来た。

筆者は第2回目の派遣で、1982年4月から1984年4月までの2年間、化学分析の専門家として、パナマ共和国商工省鉱物資源局に勤務して、化学分析の技術指導とCIMMPA関係の建屋の設計指導を行って来た。

### (1) 筆者の略歴

- |         |                           |
|---------|---------------------------|
| 1950年3月 | 徳島工業専門学校化学工業科卒業           |
| 1950年6月 | 三井金属鉱業株式会社に入社<br>日比製煉所勤務  |
| 1966年7月 | 同社 竹原製煉所勤務<br>技術課長、保安環境室長 |
| 1980年2月 | 中央研究所、<br>分析技術研究室長        |
| 1982年3月 | 国際協力事業団派遣専門家（パナマ共和国勤務）    |
| 1984年4月 | 国際協力事業団退団、退職              |

(2) 専門分野は、化学分析の指導である。

(3) 派遣に当っては、国際協力事業団が行う派遣前集合研修（1ヶ月間）を受講。

その1ヶ月間のうち3週間が任国の(得学)研修であったが、(筆者の場合スペイン語)最初の1週間風邪で休んだため、スペイン語は全くものにならないまま任国に出発することになった。従って現地では中々きびしい2ケ年であった。





## 1. 要請の内容と協力の背景

### 1-1 要請の内容

A1 Form では、パナマにおける銅、金、銀およびその他の鉱物類の採鉱ならびに開発は活発に進行中で、これらの仕事を支援するために分析研究室を含めて、試験研究設備の拡張にせまられている。

日本とパナマの間の技術協力は J I C A 技術者松井敬二専門家によって化学分析の分野で有益な指導がされている。

更に向う2年間化学分析と金、銀、冶金分野で、J I C A 技協による技術指導をお願いする。

### 1-2 協力の背景

#### (1) 地下資源の開発調査

パナマにはセロコロラド、ベタオージャ等の世界的にも有望な大型銅鉱床の地下資源を持っており、その調査および開発計画が進められている。

また、コロンビアとの国境付近においては含金銀銅鉱床の調査も行われている。

銅以外の金属資源としては、各地に散在する砂金鉱床や含金銀石英脈についても試験的に採掘回収や調査が行われている。

また、オイルショック以来エネルギーの自給体制を目指して、カリブ海底油田の調査にも積極的で、資源局内にエネルギー関係担当の副局長を配置している程である。

#### (2) 試験研究および訓練設備の整備拡充

パナマにおける鉱業の歴史は古いが、いづれも小規模なものであって、最近50年程は金属鉱山の操業は行われていない。

従って、採鉱、選鉱および製錬の技術は皆無である。

商工省鉱物資源局内には、小規模な試験設備があり、地下資源調査や鉱石の化学分析などを行っている。

建物は狭隘で、分析設備も相当老朽化しているので、各地で行われる採鉱試料の分析にも迅速には対応できない状態である。

このような状態では、上記膨大な地下資源を開発することは不可能である。早急に試験研究設備を整備拡充するとともに、関係分野の技術者や中堅技能工を養成する必要がある。

### 1-3 協力要請と協力実施の意義

序文、1-1、1-2にも概要を記したが、パナマ国には世界的規模の銅鉱山が2鉱山あり、その他にも金鉱床が国内に点在している。

これら鉱山開発による産業振興は、パナマ国発展の基となるものであると思う。

その鉱山開発に必要な技術者や技能工を養成するのが、CIMMPAである。

そのCIMMPA建設にわが国が協力し、技術援助して将来のパナマ発展に貢献することが出来る意義は大きい。

しかし、当面筆者に対する要請は、

- (1) 化学分析の技術指導
- (2) CIMMPA建屋建設の設計指導

の2つの項目である。

またこのCIMMPAプロジェクトの事前援助で、単独供与機材として供与した主な分析機器は、

1. 乾式試金分析用電気炉2基(40KW、20KW)
2. 試金分析用極微尺科
3. 原子吸光分析装置およびGFA付属品
4. 蛍光X線分析装置およびその付属品

### 1-4 専門家業務の位置づけ

パナマ国の地下資源開発に関するわが国の技術協力は、CIMMPAの企画設計から援助し、完成後はCIMMPAの諸設備を活用して、技術者の養成を行うことにある。

現段階としては、このCIMMPAプロジェクトの前段として、将来CIMMPAにもうけられる冶金関係、分析関係の各専門家が、事前に

現地においてCIMMPAの建屋建設の企画設計指導や単独供与機材による事前教育を実施してCIMMPAプロジェクト発足に備えているのである。

専門家業務の詳細は、2および3章に記す通りであるが、次の2点が専門家に期待されている事項である。

(1) 化学分析の指導業務

- ① 金・銀の試金分析法
- ② 原子吸光分析法
- ③ 蛍光X線分析法
- ④ その他

(2) CIMMPAの建屋の設計指導業務

- ① 分析棟の企画設計
- ② 排水・排気の公害問題対策
- ③ 分析機器のノイズ防止対策

## 2. 要請業務と実施業務の範囲・内容についての対比における業務実施概要

### 2-1 要請業務と実施業務

要請のあった業務と実施した業務は、以下の表に示す通りである。業務内容の詳細は3章に記載するので、ここでは概要にとどめる。

表-1 要請業務と実施業務の対比

要 請 業 務	実 施 業 務
1. 化学分析の指導 (1) 金・銀試金分析の指導	① 金・銀試金分析法の基礎から実施料への応用までの技術指導 ② 単独供与機材として供与した極微天秤および電気炉2基の据付調整と使用方法の指導
(2) 原子吸光分析およびGFAの指導	① GFAの据付調整 ② GFAの基礎から実試料への応用まで指導 ③ GFAのメンテナンスの指導
(3) 蛍光X線分析の指導	① 据付調整 (据付調整専門家) ② 蛍光X線の基礎から実試料への応用まで指導 ③ 蛍光X線分析装置および付属品の簡単なメンテナンスの指導

(4) その他	① 鉍石中の微量アンチモンの分析指導 ② 鉍石中のニッケル分析指導 ③ 選鉍試料中の鉄分析の指導
2. CIMMPA分析棟の企画設計指導	① 分析棟の企画設計指導 ② 排水、排気の公害対策指導 ③ 分析機器に対するノイズ対策指導

## 2-2 業務および技術環境条件

1-2においてパナマ国の地下資源状況や鉍物資源局の概況を記したが、ここでは特に業務を行う上で直接的に関わる技術環境条件について述べることにする。

### a) 配属機関の概要

#### ① 名称：商工省鉍物資源局

Dirección General de Recursos Minerales

Ministerio de Comercio e Industrias

局長：Lic. Julio, E, Merida

次長：Dr. Jose, dec. Espinosa

#### ② 住所

Apartado No , 8515, Panamá 5, Rep. de PANAMA

(Tel) : 64-0173, 64-0750

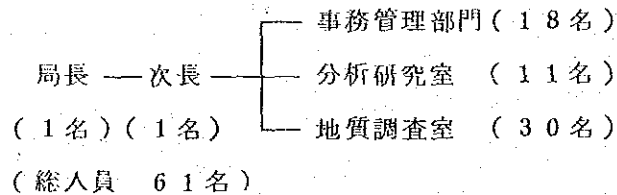
③ 沿革

1964年商工省内に鉍物資源局を設置

1966年現在地に建屋を建設

地質調査、化学分析、鉍業行政の業務を開始

④ 組織および人員



⑤ 敷地および建屋面積

敷地: 2,400 m<sup>2</sup>

建屋: 630 m<sup>2</sup> (平屋)

⑥ 業務内容

業務管理部門: 総務、購買、保守、鉍産物登記鉍区申請

分析研究室: 鉍石などの化学分析

地質調査室: 地質調査、ボーリング、地形図作成、鉍床探査、  
ボーリングコアの保管、鉍業指導

⑦ 人的環境条件

・カウンターパート: 分析研究室長

Licda. Marcia Pastor (1944年生)

米カリフォルニア大学、化学卒 (1967年)

・分析研究室のメンバーは次頁の通りである。

### 3. 業務項目別目標設定と達成および具体的成果

要請業務の項目は2-1に示したが、実施面から見ると一部重複したり、項目内の相互関係が明確でない上、文書上で明確にはあらかじめ要請のなかったことで、実施した項目もある。

そこで、ここでは実施面から関連のあるいくつかの項目をまとめて記述することにする。

#### 3-1 化学分析の指導

##### (1) 金・銀試金分析の指導

筆者の前任者が、2年かけて金・銀試金分析を指導した Sr. Barroso (分析研究室長代理) が、1983年1月1日付で資源局を退職したため、資源局内には試金分析技術者がいなくなり、筆者がまた試金分析の第一歩から指導しなければならなくなった。

カウンターパートである分析研究長の Licda, Marcia Pastor から正式文書で試金分析指導依頼が出た。

Licda, Marcia Pastor と話して、Sr. Anastacio Gonzalez を主にして、試金分析法を指導することにした。

教材としては、JIS-M-8111、鉍石中の金・銀分析法の英訳版および秋田大学、鈴木信一郎著「分析および試金」をもとにして、筆者が一部英訳して教材に用いた。

試金分析の理論はほぼ Licda, Marcia Pastor と Sr. Anastacio Gonzalez に、炉を使う実習は Sr. Anestacio Gonzalez が主に行うことになる。

単独供与機材として供与した電気炉が入荷しているものの、電気配線が出来ないので、従来から使用していた灯油焚きの炉を手直しして使用した。指導した主な内容は、

- ① 灯油炉の使用法および炉操作
- ② 組立調整法
- ③ 試金分析法の概要(ルツボ試金法)

(英文の flow sheet 使用)

- ④ 調合の理論（分析および試金の一部英訳）
- ⑤ キューベルの製作
- ⑥ 試金分析法の各論（硅酸鈦、硅化鈦、酸化鈦、湿乾併用法 など）

Sr. Auastacio Ganzalez は、試金分析は全く初めての挑戦であつたが、彼の熱心さと努力により、比較的短時間に技術を身につけて来た。

反復練習することにより、繰返し精度と向上して来て、実試料への挑戦も出来るようになった。

## (2) 原子吸光分析の指導

単独供与機材として、前任者の申請した原子吸光分析装置が、筆者の赴任後入荷したのである。

この装置は、一般的に云う標準型でそれに付属品としてGFA装置が組込まれた仕様である。

事情があつて、筆者は前任の松井専門家との事務引継は出来なかつたが、パナマ現地の状況から判断して、金、銀、白金、パラジウム等の貴金属類を、GFA装置で判定することを目的としたものと思われた。従つて筆者は、赴任時の携行機材として金、銀、白金、パラジウム、銅などのホローカソードランプをスペアとして持参した。

電源配線工事、排気フードの取付工事、冷却水の水道工事などが完成した時点で、筆者が本体およびオートサンプラーを含めてGFA法の仮据付調整を行い、銅の分析から始めた。

この仮据付調整から銅の分析などは、カウンターパートの分析研究室長 Licda, Marcia Pastor を指導しながら実施した。

仮据付調整の時点では、ピークキャッチャーがなかつたため、Chart 上からの作図が少々煩雑であつた。

その後、据付調整専門家が来巴時にピークキャッチャーを携行機材として持参預つたので、それからは Chart 上の Peak が非常に Simple になり、Peak の測定が非常にらくになった。

据付調整専門家による最終調整は、カウンターパートの分析研究室長 Licda Marcia Pastor と打合せて、GFA 法専用型にすること



とした。

原子吸光法は、GFA法による微量分析に使用する目的である。

- ① 銅の分析
- ② 金分析
- ③ 銀分析
- ④ 白金分析
- ⑤ バラジウム分析

の分析法について指導した。

### (3) 蛍光X線分析の指導

#### ① 事前の準備

蛍光X線分析装置は、資源局には初めての分析機器なので、全局員の注目の的であった。

Operatorの選任は、Licda, Marcia, Pastor と話し合っ、Sr. Anastacio Gonzalez とすることにして、蛍光X線分析の取扱いに必要な予備知識を事前に教育した。

テキストはメーカーから発行された英語版のテキストを使用した。

また、標準試料の整備も始めた。標準試料については、基本的に現地パナマで調達することにして、資源局で分析して保管してある試料から、硅酸鋇、酸化鋇、硅化鋇など鋇種別に選別して、各元素別に整理することにした。

しかし問題点は、①鋇種別の分類が出来るか、②各元素の分析値が整うかどうか、③各分析値の正確さがあるかどうか、などが考えられる。

JICAより派遣された据付調整専門家により、据付調整された蛍光X線分析装置を使用して、鋇石中のCu, Pb, Zn, Cd, SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CaO, MgO, K<sub>2</sub>O, Na<sub>2</sub>Oなどを分析出来るよう指導した。

JICAより派遣された据付調整専門家が来バしたのが、1984年2月中旬より2週間で2月下旬には調整を終えて帰国した。

それから約1ヶ月間蛍光X線分析の指導に専念した。

Operator の Sr. Auastacio Gonzalez も一生懸命頑張って、  
硅酸鉍シリーズの分析に挑戦した。

また、銅選鉍試料の分析も行ってよい結果を得た。

十分ではないまでも、比較的短時間で一応蛍光X線分析装置を使  
って分析出来た Operator の努力を評価したい。

なお、据付調整の遅れたことは、パナマ側の「金がない」と云う  
ことで、彼等なりに努力して、2年がかりで電気配線工事（外線よ  
り資源局までインスイッチまでの引込線と85kVAのトランスの購入、  
電気炉、原子吸光、蛍光X線の電源配線工事）が行われると云うも  
のであった。あるときは、パナマ駐在の茂木大使閣下が、1度なら  
ず2度までもパナマ国商工大臣に『資源局に供与した供与機材の稼  
働の促進』を督促されたことに対して、担当専門家としては実に有  
難く、感謝申し上げた次第である。

#### (4) その他の分析法の指導

##### ① 鉍石中のSb分析の指導

E. B. Sandell の Colorimetric determination of  
of metals や分析化学便覧などを参考に、吸光光度法をベー  
スに前処理に  $MnO_2$  共沈法による濃縮工程を加えて微量のSb分析  
を指導した。

##### ② 鉍石中のNiの分析法の指導

重量法、吸光光度法及び原子吸光法について指導した。

##### ③ 選鉍試料中のFeの分析法の指導

選鉍試料の溶解法を特に Pointi をおいて、吸光光度法を指導した。

### 3-2 CIMMPA分析棟の設計指導

日本からの供与機材を中心に据付られるように、各実験室を配置する  
ことにした。

企画設計に当たっての問題点は、

#### ① 分析機器に対する電磁波対策(PART-1)

CIMMPA 整地は道路側100m、奥行150m(15,000 $m^2$ )

の小高い丘が確保されているが、問題は、道路の両側に150KVのIRHF（電気会社）の高圧線が走っており、分析機器が電磁波の影響を受けることにある。

従って、分析棟の配置は電磁波の影響を配慮して、高圧線より最も遠いところに位置するように配置設計する。

特に電磁波対策を必要とする実験室は、蛍光X線分析室、X線回折室および原子吸光分析室の3室で、これらの実験室内には5mm目の銅網を天井、壁に張り、それぞれ十分接続し、その上十分に接地するように指導した。

## ② 電磁波対策（PART-2）

CIMMPA関係の設計がほぼ完了した頃、新たにIRHRの高圧線（150KV）が分析棟の裏側約25mのところを通る計画がすでに進行中であることを知る。

この問題点に対して、対策として次の2点が考えられた。

### 〔対策-1〕

CIMMPAの土地の場所替えを商工大臣に申請する。お国柄進行中の計画変更は先づむづかしいので、これから進行するCIMMPAの土地替えが容易である。

土地の場所替えが出来るとしても、今から8ヶ月以上はかかるため、現行設計には間に合わないことがあげられた。

### 〔対策-2〕

現在の土地において建屋の配置替えをする。現在の土地で、表裏の高圧線が等距離の位置に分析棟の蛍光X線分析室、X線回折室および原子吸光分析室が来るように、建屋の配置替えをやる。その上なお電磁波対策を強化する。

5mm目から3mm目の銅網とする。

以上2点が出たが、対策-1は好ましいが、現行では無理、従って、対策-2で今後の設計を進めることにした。

## ③ 公害対策

化学分析室のドラフトには排ガス洗浄設備を設置して、クリーンガ

スとして大気中に放出することにした。

廃水については、２段階中和処理（１次処理は分析室の出口でアルカリ中和処理をし、２次処理は総合排水処理する）をして、放水することにした。

なお、乾式分析の電気炉の排ガスにも排ガス洗浄設備を設置し、特に灰吹炉から出る酸化鉛の回収にもあてることにした。

#### 4. 業務と技術移転の実例

技術移転の実例として、試金分析法、原子吸光分析法、蛍光X線分析法およびその他について、事例を示して記述する。

##### (1) 試金分析法：

- ① 基準ルツボ法：J I S - M - 8 1 1 1 鉍石中の金、銀分析法英訳版の操作法を筆者がflow sheetにした。(テキスト使用)
- ② 調合理論：鈴木氏の『分析と試金』の1部を英訳した。(テキスト使用)
- ③ 硅酸鉍中の金、銀の分析例：調合までは、traineeのLicda Marcia PastorとSr. Anastacio Gonzalezが協力して異り、炉操作以降はSr. Anastacio Gonzalezが実に熱心に、反復練習して、一応の繰返し精度が出るようになった。

##### (2) 原子吸光分析法：

- ① GFA法：(グラスファイト・ファーネス・アトマイザー法)による銅の分析例を示した。
  - ・ TraineeはLicda Marcia Pastorで、微量分析に重点を置いての取り組みである。
  - ピークキャッチャーのない場合のデータである。チャートからの張取りが煩雑である。
- ② 排水中の銅分析例である。(ピークキャッチャーのない場合)チャートからの続取りが煩雑である。
- ③ ピークキャッチャーの有無データ比較

##### (3) 蛍光X線分析法：

- ① 標準試料(硅酸鉍シリーズ)の整理
  - 事前に準備した標準試料を整理し、分析値を繰返しCheckして作製したものである。
- ② 標準試料(硅酸鉍レクーマ)による検量線の作成の例である。
  - TraineeはSr. Anastacio Gonzalezである。
- ③ 選鉍試験試料中の銅、鉄の分析例を示す。

(4) その他：鉛石中のSb分析（特命依頼の件）

E. B. Sandell や分析化学便覧などを参考にして、吸光度法をベースに分析法を確立、Trainee は、Sr. Dagoberto Lopez である。MnO<sub>2</sub>共沈法を取り入れたことが溶接抽出のイリプロピルエーラルがないため、ベンゼン抽出法を採用したため基礎実験も行った。

(5) CIMMPA分析棟の設計

常にカウンターパートである、Licda Marcia Pastor と打合せしながら、企画設計を進めた。

- ① 分析機器に対するノイズ対策
- ② ドラフトの排ガスおよび乾式電気炉の排ガス対策
- ③ 排水の処理対策

以上3点は十分指導して設計の中に組込んだ。

参 考

4-1 試金分析法の1例

—基準ルツボ法 Flow Sheet—

渡辺 優 「化学分析指導」〈パナマ〉

(By-JIS-M-8111) ING. WATANABE

1. Fire assay rough flow sheet of the standard crucible method:

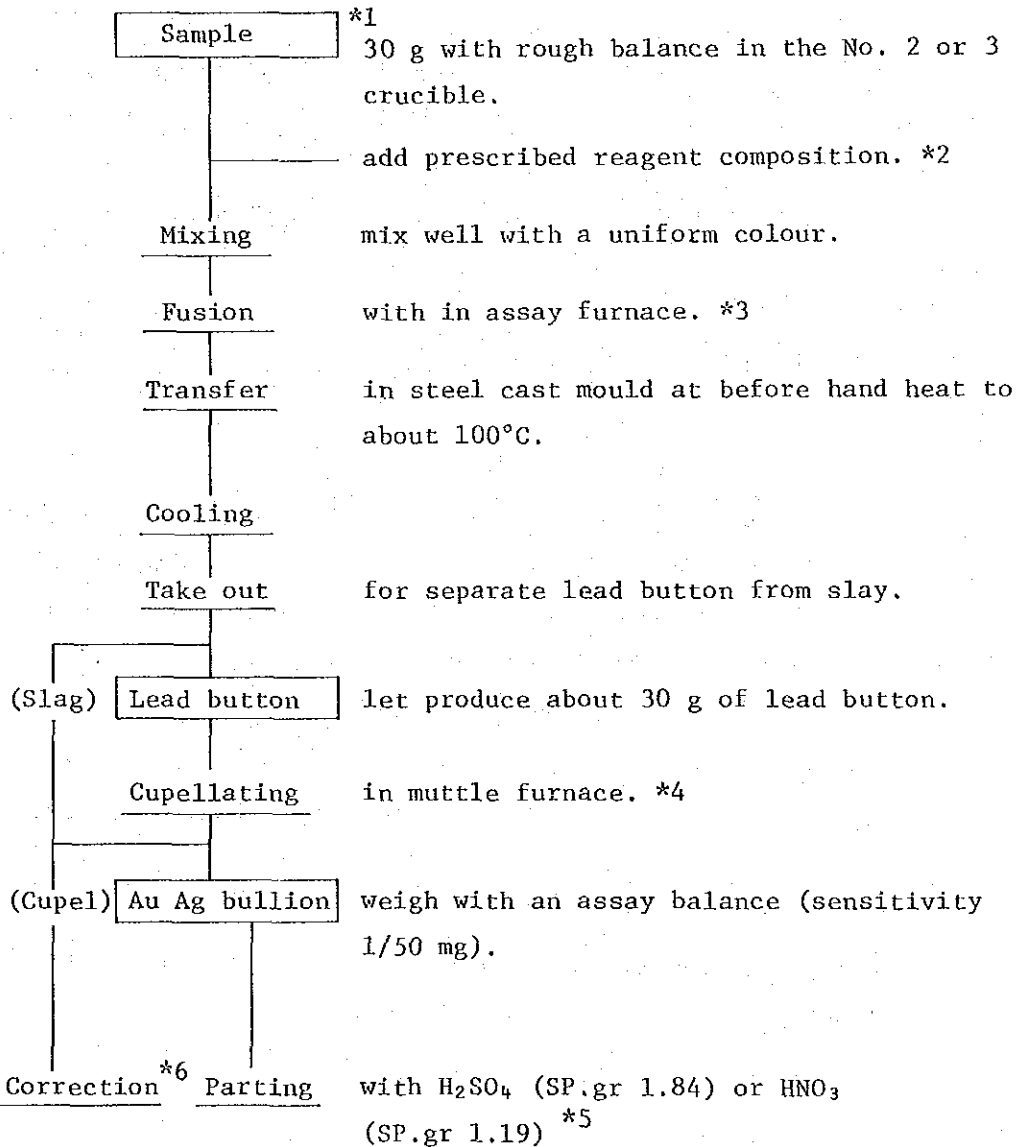






Table 1

Composition	
Sample	30 g
Soda	40 g
PbO	45 g
Borax bead	8 g
Flour	3 g
Salt cover	about 12 mm thick

In case of being accompanied by lime or metallic oxides in tolerable quantities, in addition to  $\text{SiO}_2$  or glass powder, increase glass and flour and let produce about 30 g of lead button.

- 1-2-2 Employ commonly the composition in Table 2 for those ores containing a small quantity of sulphides.

Table 2

Composition	
Sample	30 g
Soda ash	45 g
PbO	45 g
Borax bead	10 g
Flour	2 ~ 3 g
Iron nail (Rod)	1 ~ 2 sticks
Salt cover	about 12 mm thick

- 1-2-3 Employ commonly the composition in Table 3 for ores containing any one of  $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$  or  $\text{CaO}$  in a comparatively large quantity.

Table 3

Composition	
Sample	30 g
Soda ash	30 g
PbO	55 g
Borax bead	18 g
SiO <sub>2</sub>	10 g (or 20 g of glass powder)
Flour	3 g
Salt cover	about 12 mm thick

## 1-3 Fusion:

- Point-1 Let the primary fusion: about 600°C.<sup>1)</sup>  
It shall take about 25 min. from finishing of the insertion of load to finishing the primary fusion.
- Point-2 The secondary fusion: about 950°C.  
Keep it on for about 10 min. to let slay formation complete.
- Point-3 The tertiary fusion: about 1100°C.  
for about 10 min. and let the same liquidity completely.
- Point-4 When the fusion is finished, take out the crucible with a crucible tongs, turn slowly the crucible together with the content several times, tap further lightly on an iron plate twice or thrice, let lead granule attached to the peripheral wall of crucible settle in deposition and pour gently in central part of steel cast mould.<sup>2)</sup>

## 1-4 Cupellation:

- Point-1 The lead button<sup>3)</sup> are place in a row upon a numbered bosin.

- Point-2 Insert the same quick into a cupel<sup>4)</sup> preheated for 5 minutes at about 850°C in muffle furnace, close the window,<sup>5)</sup> when the lead buttons fuse well, open the window, let the air flow there into and let the temperature lower a little.
- Point-3 Consider the cupellation temperature generally be about 820°C and the ventilation be regulated so as to let the cupellation by treating 30 g of lead buttons finish in about 45 minutes.
- Point-4 Consider the end point of cupellation be at the time when a special brilliancy disappears.
- Point-5 Take out<sup>6)</sup> gently those finished in the cupellation and let alone cool.
- Point-6 After cooling, take out the Ag and Au bullion granulation,<sup>7)</sup> remove bone ash as attached there to with a brush and hammer lightly to make a thin piece with a brush.
- Point-7 Carry out the parting manipulation immediately on those required for Au determination and after weighing on those required for Ag determination.

#### 1-5 Parting:

- Point-1 The parting manipulation. Shall generally be in compliance with sulphuric acid parting method. Provided that when the Au content is very small, comply with metric acid parting method.

##### 1-5-1 Sulphuric acid parting method:

Put Au and Ag bullion granulation into a parting flask (60 ml content) holding 5 to 20 ml of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (specific gravity about 1.84) and boil gently for 5 to 10 minutes to dissolve<sup>8)</sup> Ag part completely.<sup>9)</sup>

1-5-2 Nitric acid parting method:

Pour 5 to 20 ml of  $\text{HNO}_3$  (specific gravity 1.19) into a parting flask or a test tube (20 to 30 ml content), pre-heat the same to about  $95^\circ\text{C}$  in a water bath beforehand, put Au and Ag bullion granulation herein and continue heating for about 15 minutes above  $95^\circ\text{C}$  to dissolve Ag part completely.

1-6 Correction:

Carry out correction to loss of Au and Ag under assaying in compliance with the following method.

1-6-1 Primary correction:

Crush coarsely the slag and cupel (about 250) (about 60 meshes), put in previously used crucible, manipulate hereafter in accordance with standard crucible method by the use of composition table for correction of Table 4 and decide on Au and Ag loss.

1-6-2 Secondary and after correction:

When still a small quantity of Au and Ag (mainly Ag) remain in the slag and cupel, carry out the correction in accordance with (1), if necessary.

Table 4. Composition table for Correction

Composition	General delicious ore	Ores of slag a few sul- phides	Ores to contain compar- ative large quantity of any one of Mg, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , or CaO
Sample	Sum of slag	Sum of slag and cupel	Sum of slag and cupel
Soda ash	45 g	45 g	40 g
PbO	30 g	30 g	45 g
SiO <sub>2</sub>	12 g	12 g	20 g
Borax bead	20 g	15 g	15 g
Flour	2 ~ 3 g	2 ~ 3 g	2 ~ 3 g
Iron nail (or Round rod)	-	1 piece	-
Salt cover	about 12 mm	about 12 mm	about 12 mm

1-7 Tolerance:

At the calculation of Au and Ag content, when the difference mutually within Au content or Ag content is beyond range of tolerance in Table 5 and Table 6, carry out duly re-assay.

Table 5

Au content (mg)	Tolerance (mg)
Less than 0.50	0.01
0.50 min. up to 1.00 (excl)	0.02
1.00 min. up to 2.00 (excl)	0.03
2.00 min. up to 3.00 (excl)	0.04
3.00 min. up to 5.00 (excl)	0.05
5.00 min. up to 10.00 (excl)	0.07
10.00 min. up to 20.00 (excl)	0.10
20.00 min. up to 30.00 (excl)	0.15

Table 6

Ag content (mg)	Tolerance (mg)
Less than 1	0.1
5.0 min. up to 10.0 (excl)	0.2
10.0 min. up to 30.0 (excl)	0.3
30.0 min. up to 50.0 (excl)	0.5

- Notes (1): In order to prevent the mechanical loss risen under reaction the temperature en the primary fusion shall be regulated so that the salt recover does not fuse.
- (2): The iron casting mould shall be conical round bottom in the inner surface, generally about 7 cm in inner diameter and about 5 cm in depth.
- (3): When the Pb button is for larger than 30 g of the standard and leaving it as it is the cupellation operation is difficult, the cupellatating manipulation shall be carried out by making the standard weight in compliance with 4.5, Scorification Method.
- (4): The cupel shall weigh generally about 50 g and shall be of air-dried at least for three months or more after being made. The bone ash shall be crushed to let pass through the standard sieve 297 (48 meshes) and shall be of purity not to contain carbonate. The cuper shall be made by adding about 8% of water here-to. Provided that cement may be mixed at a rate within 20%.
- (5): If the door is opened to let the air flow in, the temperature is lowered and the Pb button in front of furnace is possible to solidification, the lowering of temperature shall be prevented by placing charcoal fire or such.

- (6): When Au and Ag bullion granulation has possibility, of causing spit due to the largeness, there shall be covered with a cupel preheated and then shall be gently taken out.
- (7): When the Au and Ag bullion granulation is lustreless, greish white or blackis, it shall be once examined that whether there are selenium, tellurium, bismuth and platinum group existing or not.
- (8): When Ag is not completely dissolved due to the ratio not more than 2.5 Ag to 1 Au, add a suitable quantity (10 Ag or more to 1 Au) anew at the time of composing, repeat the total manipulation and determine the Au Content. Provided that calculate the Ag content from the Au and Ag bullion granulated obtained at first. In case of determining Au content only, add a suitable quantity of pure Au at time of compositing.
- (9): Consider the annealing temperature generally to be about 700°C, and until Au presents the golden colour. When the Au granulation is gray, it is because of the case of containing platinum or such, weigh once, manupulate further the separation of platinum group and then calculate the Au content.







JICA