



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 7739.1—2019  
代替 GB/T 7739.1—2007

---

## 金精矿化学分析方法 第 1 部分：金量和银量的测定

Methods for chemical analysis of gold concentrates—  
Part 1: Determination of gold and silver contents

2019-12-31 发布

2020-11-01 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

GB/T 7739《金精矿化学分析方法》分为如下部分：

- 第 1 部分：金量和银量的测定；
- 第 2 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：砷量的测定；
- 第 4 部分：铜量的测定；
- 第 5 部分：铅量的测定；
- 第 6 部分：锌量的测定；
- 第 7 部分：铁量的测定；
- 第 8 部分：硫量的测定；
- 第 9 部分：碳量的测定；
- 第 10 部分：铋量的测定；
- 第 12 部分：砷、汞、镉、铅和铋量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 13 部分：铅、锌、铋、镉、铬、砷和汞量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 14 部分：铀量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 7739 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 7739.1—2007《金精矿化学分析方法 第 1 部分：金量和银量的测定》。

本部分与 GB/T 7739.1—2007 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了“重复性”条款和“再现性”条款要求(见 2.7、3.7 和 4.7)；
- 删除了“允许差”条款要求(见 2007 年版的第 8 章)；
- 增加了“银量的补正方法”“灰皿回收法”“灰吹系数法”和“计算公式”(见 2.5.4.7)；
- 方法 1 中，金的测定范围由“20.0 g/t~550.0 g/t”调整为“10.0 g/t~550.0 g/t”(见第 1 章)；
- 方法 1 中，银的测定范围由“200.0 g/t~10 000.0 g/t”调整为“200.0 g/t~12 000.0 g/t”(见第 1 章)；
- 增加了“方法 2：活性炭富集-火焰原子吸收光谱法”和“方法 3：活性炭富集-碘量法”(见第 4 章和第 5 章)。

本部分由全国黄金标准化技术委员会(SAC/TC 379)提出并归口。

本部分起草单位：长春黄金研究院有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、山东国大黄金股份有限公司、深圳市金质金银珠宝检验研究中心有限公司、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司、北矿检测技术有限公司、灵宝黄金集团股份有限公司、国投金城冶金有限责任公司、潼关中金冶炼有限责任公司、湖南辰州矿业有限责任公司、山东黄金冶炼有限公司、赤峰吉隆矿业有限责任公司、招金矿业股份有限公司金翅岭金矿、山东恒邦冶炼股份有限公司。

本部分主要起草人：陈永红、马丽军、洪博、苏广东、王佳俊、芦新根、孟宪伟、穆岩、苏本臣、夏珍珠、徐超秀、林英玲、刘永玉、吴银来、林翠芳、孔令强、王建政、邵国强、王德雨、党宏庆、史博洋、王皓莹、刘秋波、朱延胜、胡站锋、杨志强、王为宏、邓渊明、周发军、吕晓兆、王永成、赵吉剑、张俊峰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 7739.1—1987、GB/T 7739.1—2007。

# 金精矿化学分析方法

## 第 1 部分:金量和银量的测定

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有的安全问题。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

GB/T 7739 的本部分规定了金精矿中金量和银量的测定方法。

本部分方法 1 适用于金精矿中金量和银量的测定,方法 2、方法 3 适用于金精矿中金量的测定。方法 1 测定范围:金 10.0 g/t~550.0 g/t,银 200.0 g/t~12 000.0 g/t;方法 2 测定范围:10.0 g/t~150.0 g/t;方法 3 测定范围:10.0 g/t~150.0 g/t。

### 2 方法 1:金量和银量的测定 火试金重量法(仲裁法)

#### 2.1 原理

试料经配料、熔融,获得适当质量的含有贵金属的铅扣与易碎性的熔渣。为了回收渣中残留的金、银,再次对熔渣进行试金。通过灰吹使金、银与铅扣分离,得到金银合粒,合粒经硝酸分金后,用重量法测定金量和银量。

#### 2.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

2.2.1 碳酸钠:工业纯,粉状。

2.2.2 氧化铅:工业纯,粉状。金量 $<0.02$  g/t,银量 $<0.5$  g/t。

2.2.3 硼砂:工业纯,粉状。

2.2.4 玻璃粉:粒度 $\leq 0.18$  mm。

2.2.5 二氧化硅:工业纯,粉状。

2.2.6 硝酸钾:工业纯,粉状。

2.2.7 纯银(质量分数 $\geq 99.99\%$ )。

2.2.8 覆盖剂(2+1):两份碳酸钠与一份硼砂混匀。

2.2.9 面粉。

2.2.10 铝箔(质量分数 $\geq 99.99\%$ ):厚度约 0.1 mm,金量 $<0.02$  g/t,银量 $<0.5$  g/t。

2.2.11 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

2.2.12 冰乙酸( $\rho=1.05$  g/mL)。

2.2.13 硝酸(1+7)。

2.2.14 硝酸(1+2)。

2.2.15 乙酸(1+3)。

2.2.16 硝酸银溶液(10 g/L):称取 5.000 mg 纯银(2.2.7),置于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(2.2.14),低温加热至完全溶解,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用硝酸(2.2.14)洗涤烧杯,洗液合并入容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 银。

2.3 仪器和设备

- 2.3.1 试金坩埚:材质为耐火黏土,容积约为 300 mL 或保证放置试料深度不超过坩埚深度的 3/4。
- 2.3.2 镁砂灰皿:水泥(标号 425)、镁砂(≤0.18 mm)与水按质量比(15 : 85 : 10)搅拌均匀,在灰皿机上压制成型,有效容积不小于 5 mL,阴干 3 个月后备用。
- 2.3.3 比色管:25 mL。
- 2.3.4 天平:感量不大于 0.01 g。
- 2.3.5 天平:感量不大于 0.001 mg。
- 2.3.6 熔融电炉:最高加热温度不低于 1 200 ℃。
- 2.3.7 灰吹电炉:最高加热温度不低于 1 000 ℃。
- 2.3.8 粉碎机。
- 2.3.9 铸铁模。

2.4 试样

- 2.4.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。
- 2.4.2 试样应在 100 ℃~105 ℃烘干 1 h 后,置于干燥器中冷却至室温。

2.5 试验步骤

2.5.1 试料

根据各种类型金精矿的组分和还原力,计算试样称取量和试剂的加入量。控制硝酸钾(2.2.6)加入量小于 30 g。称取试样 10 g~20 g,精确至 0.01 g。

独立进行两次测定,结果取其平均值。

2.5.2 空白试验

随同试料做空白试验,平行测定三份,或按批次抽样进行氧化铅空白试验,测定结果不少于 10 次,结果取其平均值。

方法:称取 200 g 氧化铅(2.2.2)、40 g 碳酸钠(2.2.1)、40 g 玻璃粉(2.2.4)、3 g 面粉(2.2.9),以下按 2.5.4.2、2.5.4.4、2.5.4.5、2.5.4.6 进行,测定金、银量。

2.5.3 试样还原力的测定

2.5.3.1 测定法

称取 5 g 试料、30 g 碳酸钠(2.2.1)、60 g 氧化铅(2.2.2)、10 g 玻璃粉(2.2.4),以下按 2.6.4.2 操作。称量所得铅扣,按式(1)计算试样的还原力:

$$F = \frac{m_1}{m_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $F$  ——试样的还原力;
- $m_1$  ——铅扣质量,单位为克(g);
- $m_2$  ——试料质量,单位为克(g)。

2.5.3.2 计算法

按式(2)计算试样的还原力:

$$F = \frac{w(S) \times 20}{100} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$F$  ——试样的还原力;

$w(S)$  ——试样中硫的质量分数, %;

20 ——1 g 硫可还原出约 20 g 铅扣的经验值。

## 2.5.4 测定

2.5.4.1 配料:根据试样的化学组分、还原力及试料质量,按下列方法计算试剂加入量。

碳酸钠(2.2.1)加入量:为试样量(2.5.1)的 1.5 倍~2.5 倍,不低于 30 g。

氧化铅(2.2.2)加入量按式(3)计算:

$$m_3 = m_0 F \times 1.1 + 30 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$m_3$  ——氧化铅加入量,单位为克(g);

$m_0$  ——试料的质量,单位为克(g);

$F$  ——试样的还原力。

当还原力低时,氧化铅的加入量应不低于 80 g。如试样中含铜较高时,氧化铅加入量除需要生成 30 g 铅扣的氧化铅外,还需补加 30 倍~50 倍铜量的氧化铅。

二氧化硅(2.2.5)加入量:为在熔融过程中生成的金属氧化物,以及加入的碱性溶剂,在 0.5~1.0 硅酸度时,所需的二氧化硅总量减去称取试料中含有的二氧化硅量之后的三分之二。

玻璃粉(2.2.4)加入量:按 1 g 二氧化硅(2.2.5)相当于 2.5 g 玻璃粉计算出玻璃粉(2.2.4)加入量。

注:二氧化硅(2.2.5)和玻璃粉(2.2.4)可任选其一。

硼砂(2.2.3)加入量:按所需补加二氧化硅(2.2.5)量的三分之一,除以 0.39 计算。但不应低于 7 g。

硝酸钾(2.2.6)或面粉(2.2.9)的加入量按式(4)、式(5)计算:

当  $m_0 F \geq 30$  时,

$$m_4 = \frac{m_0 F - 30}{4} \dots\dots\dots (4)$$

当  $m_0 F < 30$  时,

$$m_5 = \frac{30 - m_0 F}{12} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$m_4$  ——硝酸钾加入量,单位为克(g);

$m_5$  ——面粉加入量,单位为克(g);

$m_0$  ——试料的质量,单位为克(g);

$F$  ——试样的还原力。

将试料(2.5.1)及上述配料置于试金坩埚(2.3.1)中,搅拌均匀后,覆盖约 10 mm 厚的覆盖剂(2.2.8)。若只需分析金的含量,需要根据金的预估含量,按照金银不大于 1:5 的比例,补加相当银量的硝酸银溶液(2.2.16),最大补银量不超过 55 mg,再覆盖约 10 mm 覆盖剂(2.2.8)。

2.5.4.2 熔融:将坩埚置于炉温为 800 °C 的熔融电炉(2.3.6)内,关闭炉门,升温至 930 °C,保温 15 min,再升温至 1 100 °C ~1 200 °C,保温 10 min 后出炉。将坩埚平稳地旋动数次,并在铁板上轻轻敲击 2 次~3 次,使附着在坩埚壁上的铅珠下沉,然后将熔融物小心地全部倒入预热的铸铁模中。冷却后,把铅扣与熔渣分离,将铅扣锤成立方体并称量(应为 25 g~50 g)。收集熔渣,保留铅扣。

2.5.4.3 二次试金:将熔渣粉碎后(粒度  $\leq 0.18$  mm),按面粉法配料,进行二次试金。

方法:将熔渣(全量)、30 g 碳酸钠(2.2.1)、40 g 氧化铅(2.2.2)、10 g 硼砂(2.2.3)、10 g 玻璃粉(2.2.4)、3.0 g 面粉(2.2.9)置于原坩锅中,搅拌均匀后,覆盖约 10 mm 厚的覆盖剂(2.2.8),后续操作按 2.5.4.2 进行,弃去熔渣,保留铅扣。

2.5.4.4 灰吹:将二次试金铅扣放入已在 950 °C 灰吹电炉(2.3.7)中预热 20 min 的镁砂灰皿中,关闭炉门 1 min~2 min,待熔铅脱膜后,半开炉门,并控制温度 860 °C 灰吹至铅扣剩 2 g 左右,取出灰皿冷却后,将剩余铅扣与一次铅扣同时放入已预热过的灰皿中。按上述操作再次进行灰吹,控制灰吹温度 880 °C,待出现闪光后,将灰皿移至炉门口放置 1 min,取出冷却。当灰吹后的金银合粒表面不圆或含有杂质时,在进行 2.5.4.6 步骤时应分析分金液中杂质(铂、钯、碲、铅、铋等)的含量,在银结果计算中予以减除。当灰吹后的金银合粒表面不圆或含有杂质时,在进行 2.5.4.6 步骤时应分析分金液中杂质(铂、钯、碲、铅、铋等)的含量,在银结果计算中予以减除。

注:如样品只需分析金的含量,可控制灰吹温度 900 °C 灰吹。

2.5.4.5 合粒处理:用小镊子将合粒从灰皿中取出,刷去粘附杂质,置于 30 mL 瓷坩锅中,加入 10 mL 乙酸(2.2.15),置于低温电热板上,保持近沸,并蒸至约 5 mL,取下冷却,倾出液体,用热水洗涤三次,放在电炉上烘干,取下冷却,称重,即为金银合粒质量。将合粒在小钢砧上锤成 0.2 mm~0.3 mm 薄片。如果合粒中金与银比值小于五分之一时,可直接分金。大于五分之一应补纯银(2.2.7)。再锤成 0.2 mm~0.3 mm 薄片。

补银方法:采用灰吹法,把合粒和需补的纯银(2.2.7)用 3 g~5 g 铝箔(2.2.10)包好,按 2.5.4.4 进行。

2.5.4.6 分金:将金银薄片放入比色管中,加入 10 mL 硝酸(2.2.13),把比色管置入沸水中加热。待合粒与酸反应停止后,取出比色管,倾出酸液。再加入 10 mL 微沸的硝酸溶液(2.2.14),再于沸水中加热 30 min。取出比色管,倾出酸液,用蒸馏水洗净金粒后,移入坩锅中,在 600 °C 高温炉中灼烧 2 min~3 min,冷却后,将金粒放在天平(2.3.5)上称量。金粒颜色异常时应溶解金粒,采用其他方法测定金的含量,如容量法或火焰原子吸收光谱法。

2.5.4.7 银量的补正:

灰皿回收法:将灰吹后的灰皿粉碎后(0.18 mm)按面粉法配料,进行试金。将灰皿、50 g 碳酸钠(2.2.1)、50 g 二氧化硅(2.2.5)、50 g 氧化铅(2.2.2)、50 g 硼砂(2.2.3)、5 g 面粉(2.2.9)置于坩锅中,搅拌均匀后,覆盖约 10 mm 厚的覆盖剂(2.2.8),以下按 2.5.4.2、2.5.4.4、2.5.4.5 进行。按 2.6 中式(7)计算银结果。

灰吹系数法:称取与试料含银量相近的纯银(2.2.7)三份用 40 g 铝箔(2.2.10)将纯银(2.2.7)包裹好并用锤子砸实,放于样品铅扣两侧,以下按 2.5.4.4、2.5.4.5 进行。按 2.6 中式(9)计算银的灰吹补正系数,按 2.6 中式(8)计算银结果。

注:实验所得灰吹损失系数近似为 1.01,实验室经验证后采纳。

## 2.6 结果计算

按式(6)、式(7)、式(8)计算金、银的质量分数:

$$w(\text{Au}) = \frac{m_6 - m_8}{m_0} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (6)$$

$$w(\text{Ag}) = \frac{m_7 - m_6 - m_9 + m_{10}}{m_0} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (7)$$

$$w(\text{Ag}) = \frac{(m_7 - m_6 - m_9) \times \bar{k}}{m_0} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (8)$$

$$k = \frac{m_{11}}{m_{12}} \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中：

$w(\text{Au})$ ——金的质量分数,单位为克每吨(g/t)；

$w(\text{Ag})$ ——银的质量分数,单位为克每吨(g/t)；

$m_0$  ——试料的质量,单位为克(g)；

$m_6$  ——金粒质量,单位为毫克(mg)；

$m_7$  ——金银合粒的质量,单位为毫克(mg)；

$m_8$  ——分析时所用氧化铅总量中含金的质量,单位为毫克(mg)；

$m_9$  ——分析时所用氧化铅总量中含银的质量,单位为毫克(mg)；

$m_{10}$  ——灰皿中银的质量,单位为毫克(mg)；

$m_{11}$  ——灰吹前纯银的质量,单位为毫克(mg)；

$m_{12}$  ——灰吹后纯银的质量,单位为毫克(mg)；

$k$  ——金属银灰吹损失修正系数；

$\bar{k}$  ——三份银灰吹损失修正系数平均值。

分析结果表示至小数点后一位。

## 2.7 精密度

### 2.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不大于重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过5%,重复性限( $r$ )按表1数据采用线性内插法求得。金、银含量低于最低水平,重复性限按最低水平执行;金、银含量高于最高水平,重复性限按最高水平执行。

表1 重复性限(方法1)

金	$w(\text{Au})/(\text{g/t})$	13.3	25.3	44.7	87.7	138.7	448.1	—	—
	$r/(\text{g/t})$	0.8	1.4	1.8	2.4	2.8	5.0	—	—
银	$w(\text{Ag})/(\text{g/t})$	219.2	501.4	1 036.6	1 527.1	2 209.0	4 339.8	5 519.9	11 327.8
	$r/(\text{g/t})$	14.2	20.6	30.1	40.1	60.0	80.0	90.0	160.3

### 2.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不大于再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过5%,再现性限( $R$ )按表2数据采用线性内插法求得。金、银含量低于最低水平,再现性限按最低水平执行;金、银含量高于最高水平,再现性限按最高水平执行。

表2 再现性限(方法1)

金	$w(\text{Au})/(\text{g/t})$	13.3	25.3	44.7	87.7	138.7	448.1	—	—
	$R/(\text{g/t})$	1.2	2.0	2.5	3.2	3.8	7.0	—	—
银	$w(\text{Ag})/(\text{g/t})$	219.2	501.4	1 036.6	1 527.1	2 209.0	4 339.8	5 519.9	11 327.8
	$R/(\text{g/t})$	20.0	35.0	50.3	63.2	75.0	108.0	125.0	200.0

## 2.8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 试样；
- 使用的标准(GB/T 7739.1—2019)；
- 使用的方法；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

## 3 方法 2: 活性炭富集-火焰原子吸收光谱法

### 3.1 原理

试料经焙烧后,用王水溶解,金以氯金酸形式进入溶液中,用活性炭富集金与干扰元素分离,灰化后用王水溶解金,在盐酸介质中,用火焰原子吸收光谱仪在波长 242.8 nm 处测定金吸光度值。

### 3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.2.1 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

3.2.2 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL)。

3.2.3 王水:三体积盐酸(3.2.2)与一体积硝酸(3.2.1)混合,现用现配。

3.2.4 王水(1+1):三体积盐酸(3.2.2)、一体积硝酸(3.2.1)与四体积水混合,现用现配。

3.2.5 盐酸(5+95)。

3.2.6 氟化氢铵溶液(20 g/L)。

3.2.7 氯化钠溶液(200 g/L)。

3.2.8 明胶溶液(50 g/L)。

3.2.9 活性炭:粒度不大于 0.074 mm,将分析纯或化学纯活性炭放入氟化氢铵溶液(3.2.6)中浸泡 3 d 后抽滤,盐酸(3.2.5)及水各洗涤 3 次。

3.2.10 定性滤纸。

3.2.11 活性炭-纸浆混合物:活性炭(3.2.9)与定性滤纸(3.2.10)的质量比为 1:2,放入 2 L 塑料烧杯中,搅碎混匀,盐酸(3.2.5)及水各洗涤 3 次。

3.2.12 金标准贮存溶液(1.00 mg/mL):称取 0.500 0 g 金[ $w(\text{Au})\geq 99.99\%$ ],置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 王水(3.2.3),低温加热至完全溶解,取下冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 金。

3.2.13 金标准溶液(100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):移取 50.00 mL 金标准贮存溶液(3.2.12),于 500 mL 容量瓶中,加入 10 mL 王水(3.2.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  金。

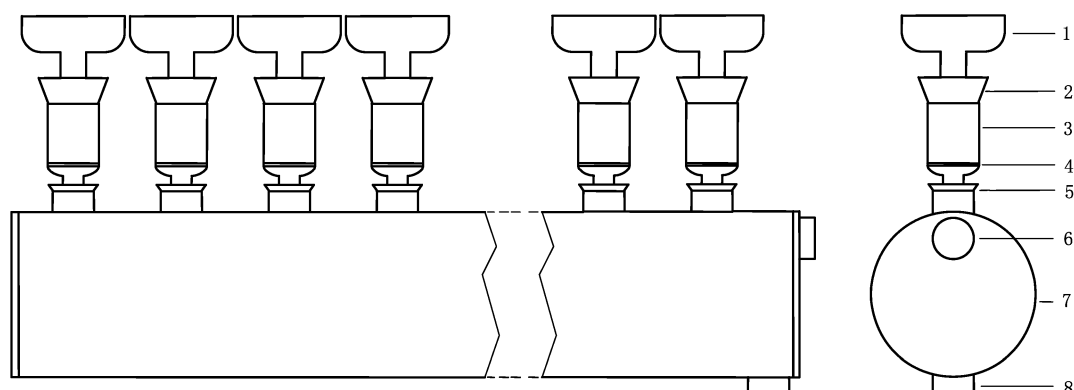
### 3.3 仪器和设备

#### 3.3.1 活性炭吸附抽滤装置

将玻璃吸附柱插入抽滤筒孔中,柱内放一片多孔塑料板,并放入一片与多孔塑料板直径等大的滤纸片。倾入纸浆抽滤,滤干后纸浆层厚约 3 mm~4 mm,再加入活性炭-纸浆混合物(3.2.11),抽干后厚度



为 5 mm~10 mm,以水吹洗柱壁,加入一层薄纸浆。装上布氏漏斗,在漏斗上垫两张定性滤纸并加入少许纸浆于滤纸边缘,使滤纸边缘与布氏漏斗壁没有缝隙。抽滤装置如图 1。



说明:

- |             |            |
|-------------|------------|
| 1 —— 布氏漏斗;  | 6 —— 抽气孔;  |
| 2,5 —— 胶塞;  | 7 —— 抽滤筒;  |
| 3 —— 玻璃吸附柱; | 8 —— 排废液口。 |
| 4 —— 多孔塑料板; |            |

图 1 活性炭吸附抽滤装置示意图

### 3.3.2 火焰原子吸收光谱仪

在火焰原子吸收光谱仪最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

- 灵敏度:在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中,金的特征浓度应不大于 0.23  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。
- 精密度:用最高浓度的标准溶液测量 11 次,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.5%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量 11 次,其标准偏差应不超过标准溶液的平均吸光度的 0.5%。
- 标准曲线的线性:将标准曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.8。

## 3.4 试样

3.4.1 试样粒度不大于 0.074 mm。

3.4.2 试样应在 100  $^{\circ}\text{C}$ ~105  $^{\circ}\text{C}$  烘干 1 h 后,置于干燥器中,冷却至室温。

## 3.5 试验步骤

### 3.5.1 试料

称取 10 g 试样,精确至 0.01 g。

独立地进行两次测定,结果取其平均值。

### 3.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 3.5.3 测定

3.5.3.1 将试料(3.5.1)置于方瓷舟中,放入马弗炉,程序升温 300  $^{\circ}\text{C}$ 、400  $^{\circ}\text{C}$ 、500  $^{\circ}\text{C}$  各保温 20 min,再

升温到 650 °C,保温 30 min~60 min,取出冷却。

3.5.3.2 将试料转入 400 mL 烧杯中,用水润湿,加入王水(3.2.4)100 mL,盖上表面皿,置于电热板上低温加热 1 h,控制溶液体积不小于 50 mL,取下,加入 15 mL 明胶溶液(3.2.8),用水冲洗表面皿和杯壁,稀释至 100 mL,使可溶性盐类溶解,搅拌并冷却至 40 °C~60 °C。

3.5.3.3 将试料溶液倾入已准备好的活性炭吸附抽滤装置抽滤,漏斗内溶液全部滤干后,用 40 °C~60 °C 盐酸(3.2.5)洗涤烧杯 2 次~3 次,洗涤残渣和漏斗 4 次~5 次,取下布氏漏斗,用 40 °C~60 °C 氟化氢铵溶液(3.2.6)洗涤吸附柱 4 次~5 次,用 40 °C~60 °C 盐酸(3.2.5)洗涤 4 次~5 次,用 40 °C~60 °C 水洗涤 4 次~5 次,滤干后停止抽气。

3.5.3.4 取出吸附柱内的活性炭纸浆块,放入 50 mL 瓷坩埚中,在电炉上烘干,放入马弗炉中于 700 °C 灰化完全,取出冷却。加入 3 滴氯化钠溶液(3.2.7),2 mL 王水(3.2.3),置于水浴上溶解,蒸至近干,取下冷却,用盐酸(3.2.5)浸出,按表 3 移入相应体积容量瓶中,用盐酸(3.2.5)稀释至刻度,混匀。

表 3 定容体积

金质量分数/(g/t)	容量瓶体积/mL
10.0~60.0	100
>60.0~120.0	200
>120.0~150.0	250

3.5.3.5 于火焰原子吸收光谱仪波长 242.8 nm 处,分别测量试液(3.5.3.4)及随同试料空白溶液的吸光度,在标准曲线上查出相应金的质量浓度。

3.5.4 标准曲线的绘制

移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 金标准溶液(3.2.13),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.2.2),以水稀释至刻度,混匀。与试液相同条件下测量标准溶液的吸光度(减去“零”浓度的吸光度),以金的质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

3.6 结果计算

按式(10)计算金的质量分数  $w(Au)$ ,数值以 g/t 表示:

$$w(Au) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V}{m_0} \dots\dots\dots(10)$$

式中:

- $w(Au)$ ——金的质量分数,单位为克每吨(g/t);
- $\rho_1$  ——自标准曲线上查得试液中金的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $\rho_0$  ——自标准曲线上查得空白试液中金的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $V$  ——试液的总体积,单位为毫升(mL);
- $m_0$  ——试料的质量,单位为克(g)。

结果保留至小数点后一位。

3.7 精密度

3.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果



的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%,重复性限( $r$ )按表 4 数据采用线性内插法求得。金含量低于最低水平,重复性限按最低水平执行;金含量高于最高水平,重复性限按最高水平执行。

表 4 重复性限(方法 2)

$w(\text{Au})/(\text{g/t})$	13.1	25.0	44.3	87.6	138.7
$r/(\text{g/t})$	0.8	1.3	1.7	2.4	2.9

### 3.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过 5%,再现性限( $R$ )按表 5 数据采用线性内插法求得。金含量低于最低水平,再现性限按最低水平执行;金含量高于最高水平,再现性限按最高水平执行。

表 5 再现性限(方法 2)

$w(\text{Au})/(\text{g/t})$	13.1	25.0	44.3	87.6	138.7
$R/(\text{g/t})$	1.3	2.1	2.6	3.4	4.0

## 3.8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容:

- 试样;
- 使用的标准(GB/T 7739.1—2019);
- 使用的方法;
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 测定中观察到的异常现象;
- 试验日期。

## 4 方法 3:活性炭富集-碘量法

### 4.1 原理

试料经焙烧后,用王水溶解,金以氯金酸的形式进入溶液中,用活性炭富集金与干扰元素分离,经灰化后王水溶解金,在盐酸介质中,用碘化钾使  $\text{Au}^{3+}$  还原为  $\text{Au}^+$ ,释放出一定量的碘,以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定。

### 4.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

#### 4.2.1 碘化钾。

#### 4.2.2 碳酸钠。

#### 4.2.3 氟化氢铵

- 4.2.4 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL)。
- 4.2.5 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。
- 4.2.6 冰乙酸( $\rho=1.05$  g/mL)。
- 4.2.7 王水:三体积盐酸(4.2.4)与一体积硝酸(4.2.5)混合,现用现配。
- 4.2.8 王水(1+1):三体积盐酸(4.2.4)、一体积硝酸(4.2.5)与四体积水混合,现用现配。
- 4.2.9 盐酸(5+95)。
- 4.2.10 氟化氢铵溶液(20 g/L)。
- 4.2.11 氯化钠溶液(200 g/L)。
- 4.2.12 乙酸(7+93)。
- 4.2.13 明胶溶液(50 g/L)。
- 4.2.14 乙二胺四乙酸(EDTA)溶液(25 g/L)。
- 4.2.15 活性炭:粒度不大于 0.074 mm,将分析纯或化学纯活性炭放入氟化氢铵溶液(4.2.10)中浸泡 3 天后抽滤,盐酸(4.2.9)及水各洗涤 3 次。
- 4.2.16 定性滤纸。
- 4.2.17 活性炭-纸浆混合物:活性炭(4.2.15)与定性滤纸(4.2.16)的质量比为 1:2,放入 2 L 塑料烧杯中,搅碎混匀,盐酸(4.2.9)及水各洗涤 3 次。
- 4.2.18 金标准贮存溶液(100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):称取 0.100 0 g 金 [ $w(\text{Au})\geq 99.99\%$ ]于 50 mL 烧杯中,加入 5 mL~10 mL 王水(4.2.7),低温加热至完全溶解后,加入 5 滴氯化钠溶液(4.2.11),于水浴上蒸干,冷却后加入 2 mL 盐酸(4.2.4)重复蒸干 2 次~3 次,加入 8 mL 盐酸(4.2.4)温热溶解后,用水转移烧杯溶液至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  金。
- 4.2.19 硫代硫酸钠标准溶液的制备:
- 硫代硫酸钠标准溶液 I [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)\approx 0.000 6$  mol/L]:称取 2.52 g 硫代硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ),加入 0.1 g 碳酸钠(4.2.2),用煮沸后冷却的水定容至 1 L(溶液 pH 为 7.2~7.5),混匀。取 60 mL 上述溶液,加入 0.1 g 碳酸钠(4.2.2),用煮沸后冷却的蒸馏水稀释至 1 L,混匀,放置一周,经标定后使用。
  - 硫代硫酸钠标准溶液 II [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)\approx 0.000 9$  mol/L]:称取 2.52 g 硫代硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ),加入 0.1 g 碳酸钠(4.2.2),用煮沸后冷却的水定容至 1 L(溶液 pH 为 7.2~7.5),混匀。取 90 mL 上述溶液,加入 0.1 g 碳酸钠(4.2.2),用煮沸后冷却的蒸馏水稀释至 1 L,混匀,放置一周,经标定后使用。
- 4.2.20 硫代硫酸钠标准溶液标定:移取含金 1 000  $\mu\text{g}$  和含金 1 500  $\mu\text{g}$  的金标准贮存溶液(4.2.18)各三份,分别置于 50 mL 瓷坩埚中,加 0.1 g 碘化钾(4.2.1),搅拌,立即用硫代硫酸钠标准溶液 I 和硫代硫酸钠标准溶液 II 滴定至微黄色后,加 3 滴~5 滴 EDTA 溶液(4.2.14),加入 3 滴~5 滴淀粉溶液(4.2.21),在充分搅拌下继续用硫代硫酸钠标准溶液滴定到溶液无色为终点。随同标定作空白试验。

按式(11)计算硫代硫酸钠标准溶液的实际浓度:

$$c = \frac{2 \times m}{M \times (V_1 - V_0) \times 1\,000} \dots\dots\dots(11)$$

式中:

- $c$  —— 硫代硫酸钠标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $m$  —— 移取金标准溶液中金的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );
- $M$  —— 金的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), [ $M(\text{Au})=196.97$ ];
- $V_1$  —— 标定时,滴定金溶液所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——标定时,滴定金空白溶液所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

平行标定三份,测定值保留四位有效数字,其极差不大于  $8 \times 10^{-7}$  mol/L,取其平均值,否则重新标定。此溶液放置超过一周,使用前应重新标定一次。

4.2.21 淀粉溶液(10 g/L)。

### 4.3 仪器和设备

活性炭吸附抽滤装置:将玻璃吸附柱插入抽滤筒孔中,柱内放一片多孔塑料板,并放入一片与多孔塑料板直径等大的滤纸片。倾入纸浆抽滤,滤干后纸浆层厚约 3 mm~4 mm,再加入活性炭-纸浆混合物(4.2.17),抽干后厚度为 5 mm~10 mm,以水吹洗柱壁,加入一层薄纸浆。装上布氏漏斗,在漏斗上垫两张定性滤纸并加入少许纸浆于滤纸边缘,使滤纸边缘与布氏漏斗壁没有缝隙。装置见图 1。

### 4.4 试样

4.4.1 试样粒度不大于 0.074 mm。

4.4.2 试样应在 100 °C~105 °C 烘干 1 h 后,置于干燥器中,冷却至室温。

### 4.5 试验步骤

#### 4.5.1 试料

称取 10 g 试样,精确至 0.01 g。

独立地进行两次测定,结果取其平均值。

#### 4.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 4.5.3 测定

4.5.3.1 将试料(4.5.1)置于方瓷舟中,放入马弗炉,程序升温 300 °C、400 °C、500 °C 各温度保温 20 min,再升温到 650 °C,保温 30 min~60 min,取出冷却。

4.5.3.2 将试料转入 400 mL 烧杯中,用水润湿,加入王水(4.2.8)100 mL,盖上表面皿,置于电热板上低温加热 1 h,控制溶液体积不小于 50 mL,取下,加入 15 mL 明胶溶液(4.2.13),用水冲洗表面皿和杯壁,稀释至 100 mL,使可溶性盐类溶解,搅拌并冷却至 40 °C~60 °C。

4.5.3.3 将试料溶液倾入已准备好的活性炭吸附抽滤装置抽滤,漏斗内溶液全部滤干后,用 40 °C~60 °C 盐酸溶液(4.2.9)洗涤烧杯 2 次~3 次,洗涤残渣和漏斗 4 次~5 次,取下布氏漏斗,用 40 °C~60 °C 氟化氢铵溶液(4.2.10)洗涤吸附柱 4 次~5 次,用 40 °C~60 °C 盐酸(4.2.9)洗涤 4 次~5 次,用 40 °C~60 °C 水洗涤 4 次~5 次,滤干后,停止抽滤。

4.5.3.4 取出吸附柱中的活性炭纸浆块,放入 50 mL 瓷坩埚中,在电炉上烘干,放入马弗炉中于 700 °C 灰化完全,取出冷却。加入 3 滴氯化钠溶液(4.2.11),加入 2 mL 王水(4.2.7),置于水浴上溶解,蒸至近干,取下冷却,加入适量盐酸(4.2.4),重复蒸干 2 次~3 次。取下加入 5 mL 乙酸(4.2.12),于水浴上微热溶解,取下冷却后,加入 0.1 g 氟化氢铵(4.2.3),再加入 0.2 mL~2 mL 的 EDTA 溶液(4.2.14)(视铜量而定),加入 0.1 g~0.5 g 碘化钾(4.2.1),搅拌均匀,根据试料中金的质量分数,按照表 6 选择硫代硫酸钠标准溶液(4.2.19)滴定至微黄色,加 3 滴~5 滴淀粉溶液(4.2.21),继续滴定至蓝色消失,即为终点。

表 6 标准溶液的选择

金质量分数/(g/t)	硫代硫酸钠标准溶液
10.0~60.0	硫代硫酸钠标准溶液 I
>60.0~150.0	硫代硫酸钠标准溶液 II

4.6 结果计算

按式(12)计算金的质量分数  $w(\text{Au})$ , 数值以 g/t 表示:

$$w(\text{Au}) = \frac{c \times (V_3 - V_2) \times M \times 1\,000}{2 \times m_0} \dots\dots\dots (12)$$

式中:

- $w(\text{Au})$ ——金的质量分数,单位为克每吨(g/t);
- $c$  ——硫代硫酸钠标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V_3$  ——滴定试样时消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $V_2$  ——滴定空白时消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $M$  ——金的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol), [ $M(\text{Au}) = 196.97$ ];
- $m_0$  ——试料的质量,单位为克(g)。

结果保留至小数点后一位。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过5%,重复性限( $r$ )按表7数据采用线性内插法求得。金含量低于最低水平,重复性限按最低水平执行;金含量高于最高水平,重复性限按最高水平执行。

表 7 重复性限 (方法 3)

$w(\text{Au})/(\text{g/t})$	12.8	24.8	44.4	87.4	139.0
$r/(\text{g/t})$	0.9	1.4	1.8	2.4	3.0

4.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过5%,再现性限( $R$ )按表8数据采用线性内插法求得。金含量低于最低水平,再现性限按最低水平执行;金含量高于最高水平,再现性限按最高水平执行。

表 8 再现性限 (方法 3)

$w(\text{Au})/(\text{g/t})$	12.8	24.8	44.4	87.4	139.0
$R/(\text{g/t})$	1.4	2.2	2.7	3.6	4.2

#### 4.8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 试样；
  - 使用的标准(GB/T 7739.1—2019)；
  - 使用的方法；
  - 分析结果及其表示；
  - 与基本分析步骤的差异；
  - 测定中观察到的异常现象；
  - 试验日期。
- 

