



中华人民共和国国家标准

GB/T 20899.1—2019
代替 GB/T 20899.1—2007

金矿石化学分析方法 第 1 部分：金量的测定

Methods for chemical analysis of gold ores—
Part 1: Determination of gold content

2019-12-31 发布

2020-11-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 20899《金矿石化学分析方法》分为 14 个部分：

- 第 1 部分：金量的测定；
- 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 11 部分：砷量和铋量的测定；
- 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：铈量的测定 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 20899 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 20899.1—2007《金矿石化学分析方法 第 1 部分：金量的测定》。

本部分与 GB/T 20899.1—2007 相比，除进行了编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 增加了“重复性”和“再现性”要求（见 2.7、3.7、4.7 和 5.7）；
- 删除了“允许差”要求（见 2007 年版的 2.7 和 3.7）；
- 增加了“方法 3：活性炭富集—火焰原子吸收光谱法”和“方法 4：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、灵宝黄金集团股份有限公司、国投金城冶金有限责任公司、赤峰吉隆矿业有限责任公司、山东黄金冶炼有限公司、招金矿业股份有限公司金翅岭金矿、中国地质科学院郑州矿产综合利用研究所、湖南辰州矿业有限责任公司、潼关中金冶炼有限责任公司、江苏北矿金属循环利用科技有限公司、北矿检测技术有限公司。

本部分主要起草人：芦新根、陈永红、马丽军、洪博、孟宪伟、苏广东、王佳俊、苏本臣、周旭亮、穆岩、钟英楠、夏珍珠、卢小龙、张园、俞金生、刘永玉、林常兰、龙秀甲、包卫东、邱盛香、王建政、孔令强、邵国强、王德雨、党宏庆、胡站锋、朱延胜、张斗群、吕晓兆、周发军、徐忠敏、杨永文、高小飞、叶芳芳、田娜、周童、谢大伟、王皓莹、刘秋波。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 20899.1—2007。

金矿石化学分析方法

第1部分：金量的测定

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 20899 的本部分规定了金矿石中金量的测定方法。

本部分适用于金矿石中金量的测定。方法1测定范围：0.20 g/t～150.0 g/t；方法2测定范围：0.10 g/t～100.0 g/t；方法3测定范围：0.10 g/t～100.0 g/t；方法4测定范围：0.30 g/t～100.0 g/t。

2 方法1：火试金重量法

2.1 方法提要

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。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。

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。氧化铅中的金量小于0.02 g/t。

2.2.3 硼砂：工业纯，粉状。

2.2.4 玻璃粉：粒度 ≤ 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 面粉。

2.2.8 覆盖剂(2+1)：两份碳酸钠与一份硼砂混匀。

2.2.9 纯银($w_{\text{Ag}} \geq 99.99\%$)。

2.2.10 硝酸银溶液(10 g/L)：称取5.000 g纯银(2.2.9)，置于300 mL烧杯中，加入20 mL硝酸溶液(2.2.13)，低温加热至完全溶解，冷却至室温，移入500 mL容量瓶中，用硝酸溶液(2.2.13)洗涤烧杯，洗液合并入容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。1 mL此溶液含10 mg银。

2.2.11 硝酸($\rho = 1.42$ g/mL)。

2.2.12 硝酸溶液(1+7)。

2.2.13 硝酸溶液(1+2)。

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，体积不小于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

根据各种类型金矿石的组成和还原力,计算试料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。称取试料 10 g~30 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 3 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)、4 g 面粉(2.2.7),以下按 2.5.4.2、2.5.4.3、2.5.4.4 进行,测定金量。

2.5.3 试样还原力的测定方法

2.5.3.1 测定法

称取 5 g 试料(2.5.1)、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 2.5.4.2 操作。称量所得铅扣,按式(1)计算试样的还原力。

$$F = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

F ——试样的还原力;

m_1 ——称取试料所得铅扣质量,单位为克(g);

m_2 ——未称取试料所得铅扣质量,单位为克(g)。

m_0 ——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、还原力及称取试料质量,按下列方法计算试剂加入量。

碳酸钠(2.2.1)加入量:为试料(2.5.1)量的 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:

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

式中:

m_3 ——氧化铅加入量,单位为克(g);

m_0 ——试料质量,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造 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中,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)可任选其一加入。

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(2.2.7)的加入量按式(4)、式(5)计算:

当 $m_0 F > 30$ 时,

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

当 $m_0 F < 30$ 时,

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

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)及上述配料置于黏土坩埚中,搅拌均匀后,加入 0.5 mL~1.0 mL 硝酸银溶液(2.2.10),覆盖约 10 mm 厚的覆盖剂(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 下~3 下,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),保留铅扣。

2.5.4.3 灰吹:将试金铅扣放入已在 950 °C 灰吹电炉(2.3.7)中预热 20 min 后的镁砂灰皿中,关闭炉门 1 min~2 min,待熔铅脱膜后,半开炉门,并控制炉温在 900 °C 灰吹,待出现闪光后,将灰皿移至炉门口放置 1 min,取出冷却。

2.5.4.4 用小镊子将合粒从灰皿中取出,刷去黏附杂质,将合粒在小钢砧上锤成 0.2 mm~0.3 mm 薄片。

2.5.4.5 分金:将金银薄片放入比色管中,并加入 10 mL 硝酸溶液(2.2.12),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(2.2.13),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,移入坩埚中,在 600 ℃ 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。

2.6 结果计算

按式(6)计算金的质量分数:

$$w_{\text{Au}} = \frac{m_6 - m_7}{m_0} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

w_{Au} ——金的质量分数,单位为克每吨(g/t);

m_6 ——金粒质量,单位为毫克(mg);

m_7 ——分析时所用氧化铅总量中含金的质量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料质量,单位为克(g)。

结果保留至小数点后一位,当分析结果小于 10.0 g/t 时,结果保留至小数点后两位。

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 1 重复性限(方法 1)

$w_{\text{Au}}/(g/t)$	0.35	1.20	2.59	4.90	20.2	86.2	148.5
$r/(g/t)$	0.10	0.20	0.28	0.33	1.2	2.1	3.2

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 2 再现性限(方法 1)

$w_{\text{Au}}/(g/t)$	0.35	1.20	2.66	4.90	20.2	86.2	148.5
$R/(g/t)$	0.15	0.25	0.35	0.50	1.7	3.2	3.9

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 20899.1—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:火试金富集-火焰原子吸收光谱法

3.1 方法提要

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。通过灰吹使金、银与铅扣分离,得到金银合粒,合粒经硝酸和王水溶解,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相当纯度的水。

- 3.2.1 碳酸钠:工业纯,粉状。
- 3.2.2 氧化铅:工业纯,粉状。氧化铅中的金量小于 0.02 g/t。
- 3.2.3 硼砂:工业纯,粉状。
- 3.2.4 玻璃粉:粒度 ≤ 0.18 mm。
- 3.2.5 二氧化硅:工业纯,粉状。
- 3.2.6 硝酸钾:工业纯,粉状。
- 3.2.7 面粉。
- 3.2.8 覆盖剂(2+1):两份碳酸钠与一份硼砂混匀。
- 3.2.9 纯银($w_{\text{Ag}} \geq 99.99\%$)。
- 3.2.10 金($w_{\text{Au}} \geq 99.99\%$)。
- 3.2.11 硝酸银溶液(10 g/L):称取 5.000 g 纯银(3.2.9),置于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(3.2.14),低温加热至完全溶解,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(3.2.14)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。
- 3.2.12 硝酸($\rho = 1.42$ g/mL)。
- 3.2.13 盐酸($\rho = 1.19$ g/mL)。
- 3.2.14 硝酸溶液(1+2)。
- 3.2.15 王水:三体积盐酸与一体积硝酸混合,现用现配。
- 3.2.16 氯化钠溶液(200 g/L)。
- 3.2.17 盐酸溶液(1+19)。
- 3.2.18 金标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金(3.2.10),置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 王水(3.2.15),低温加热至完全溶解,取下冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,以 20 mL 王水(3.2.15)洗涤烧杯,再用水洗烧杯,合并于容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 金。
- 3.2.19 金标准溶液:移取 50.00 mL 金标准贮存溶液(3.2.18),于 500 mL 容量瓶中,加入 10 mL 王水(3.2.15),用水稀释至刻度,混匀。1 mL 此溶液含 100 μ g 金。

3.3 仪器和设备

- 3.3.1 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。

3.3.2 镁砂灰皿:水泥(标号 425)、镁砂($<0.18\text{ mm}$)与水按质量比(15 : 85 : 10)搅拌均匀,在灰皿机上压制成型,体积不小于 5 mL,阴干 3 个月后备用。

3.3.3 天平:感量不大于 0.01 g。

3.3.4 熔融电炉:最高加热温度不低于 1 200 ℃。

3.3.5 灰吹电炉:最高加热温度不低于 1 000 ℃。

3.3.6 火焰原子吸收光谱仪,附金空心阴极灯。

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 $\mu\text{g/mL}$ 。

精密性:用最高浓度的标准溶液测量 11 次吸光度,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 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液的平均吸光度的 0.5%。

标准曲线线性: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 ℃~105 ℃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

根据金矿石的组成和还原力,计算试料称取量和试剂的加入量,称样量一般为 20 g~50 g,精确至 0.01 g。

独立进行两次测定,结果取其平均值。

3.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

方法:称取与试料相同质量的氧化铅(3.2.2)、40 g 碳酸钠(3.2.1)、20 g~40 g 玻璃粉(3.2.4)、4 g 面粉(3.2.7),以下按 3.5.4.2、3.5.4.3、3.5.4.4、3.5.5.1、3.5.5.2 进行,测定金量。

3.5.3 试样还原力的测定

3.5.3.1 测定法

称取 5 g 试料(3.5.1)、30 g 碳酸钠(3.2.1)、80 g 氧化铅(3.2.2)、10 g 玻璃粉(3.2.4)、2.0 g 面粉(3.2.7),以下按 3.5.4.2 操作。称量所得铅扣,按式(7)计算试样的还原力。

$$F = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

F ——试样的还原力;

m_1 ——称取试料所得铅扣质量,单位为克(g);

m_2 ——未称取试料所得铅扣质量,单位为克(g);

m_0 ——试料质量,单位为克(g)。

3.5.3.2 计算法

按式(8)计算试样的还原力:

$$F = \frac{w_s \times 20}{100} \dots\dots\dots (8)$$

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。

3.5.4 火试金富集

3.5.4.1 配料:根据试样的化学组成,按下列方法计算试剂加入量。

碳酸钠(3.2.1)加入量:为试料量(3.5.1)的 1.5 倍~2.0 倍,不低于 30 g。

氧化铅(3.2.2)加入量按式(9)计算:

$$m_3 = m_0 F \times 1.1 + 30 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m_3 ——氧化铅加入量,单位为克(g);

m_0 ——试料质量,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造 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(3.2.5)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中,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(3.2.4)加入量:按 1 g 二氧化硅相当于 2.5 g 玻璃粉计算出玻璃粉(3.2.4)加入量。

注:二氧化硅(3.2.5)和玻璃粉(3.2.4)可任选其一加入。

硼砂(3.2.3)加入量:按所需补加二氧化硅量的三分之一,除以 0.39 计算。但不应低于 7 g。硝酸钾(3.2.6)或面粉(3.2.7)的加入量,按式(10)和式(11)计算:

当 $m_0 F > 30$ 时,

$$m_4 = \frac{m_0 F - 30}{4} \dots\dots\dots (10)$$

当 $m_0 F < 30$ 时,

$$m_5 = \frac{30 - m_0 F}{12} \dots\dots\dots (11)$$

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 ——试料质量,单位为克(g);

F ——试样的还原力。

将试料(3.5.1)及上述配料置于粘土坩埚中,搅拌均匀后,加入 0.5 mL~1.0 mL 硝酸银溶液(3.2.11),覆盖约 10 mm 厚的覆盖剂(3.2.8)。

3.5.4.2 熔融:将坩埚置于炉温为 800 °C 的熔融电炉(3.3.4)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 下~3 下,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),保留铅扣。

3.5.4.3 灰吹:将试金铅扣放入已在 950 °C 灰吹电炉(3.3.5)中预热 20 min 后的镁砂灰皿中,关闭炉门

1 min~2 min,待熔铅脱膜后,半开炉门,并控制炉温在 900 °C 灰吹,待出现闪光后,将灰皿移至炉门口放置 1 min,取出冷却。

3.5.4.4 用小镊子将合粒从灰皿中取出,刷去黏附杂质,将合粒在小钢砧上锤成薄片。

3.5.5 火焰原子吸收光谱测定

3.5.5.1 将金银合粒薄片置于 30 mL 瓷坩埚中,加入 5 mL 硝酸(3.2.12),低温加热溶解银,过滤,滤纸放入原坩埚,低温放入马弗炉中于 650 °C 灰化 1 h,灰化完全后取出,冷却至室温,加入 2 滴氯化钠溶液(3.2.16),加入 2 mL 王水(3.2.15),低温加热至完全溶解,蒸至近干,取下冷至室温。按表 3 用盐酸溶液(3.2.17)稀释、混匀、待测。

表 3 容量瓶的选择

金的质量分数/(g/t)	容量瓶体积/mL	分取试液体积/mL	稀释容量瓶体积/mL
0.10~1.00	10	—	—
>1.00~5.00	50	—	—
>5.00~10.0	100	—	—
>10.0~50.0	100	20	100
>50.0~100.0	100	10	100

3.5.5.2 将试液(3.5.5.1)于火焰原子吸收光谱仪波长 242.8 nm 处,使用空气-乙炔火焰,测量金的吸光度,自标准曲线上查出相应的金浓度。

3.5.6 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 金标准溶液(3.2.19),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液(3.2.17),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(12)计算金的质量分数:

$$w_{Au} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V}{m_0} \dots\dots\dots (12)$$

式中:

w_{Au} ——金的质量分数,单位为克每吨(g/t);

ρ_1 ——自标准曲线上查得试液金的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——自标准曲线上查得空白试液金的质量浓度,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 ——试料质量,单位为克(g)。

结果保留至小数点后一位,当分析结果小于 10.0 g/t 时,结果保留至小数点后两位。

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 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)

$w_{Au}/(g/t)$	0.35	1.29	2.66	4.85	19.8	85.6
$r/(g/t)$	0.11	0.20	0.29	0.33	1.2	2.1

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 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)

$w_{Au}/(g/t)$	0.35	1.29	2.66	4.85	19.8	85.6
$R/(g/t)$	0.17	0.28	0.43	0.52	1.9	3.2

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 20899.1—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-火焰原子吸收光谱法

4.1 方法提要



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,灰化后采用王水溶解金,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。

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 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。
- 4.2.2 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。
- 4.2.3 王水:三体积盐酸(4.2.2)与一体积硝酸(4.2.1)混合,现用现配。

4.2.4 王水(1+1):三体积盐酸(4.2.2)、一体积硝酸(4.2.1)与四体积水混合,现用现配。

4.2.5 盐酸溶液(5+95)。

4.2.6 氟化氢铵溶液(20 g/L)。

4.2.7 氯化钠溶液(200 g/L)。

4.2.8 明胶溶液(50 g/L)。

4.2.9 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(4.2.6)中浸泡 3 d 后抽滤,盐酸(4.2.5)及水各洗涤 3 次。

4.2.10 定性滤纸。

4.2.11 活性炭-纸浆混合物:活性炭(4.2.9)与定性滤纸(4.2.10)的质量比为 1:2,放入 2 L 塑料烧杯中,搅碎混匀,盐酸溶液(4.2.5)及水各洗涤 3 次。

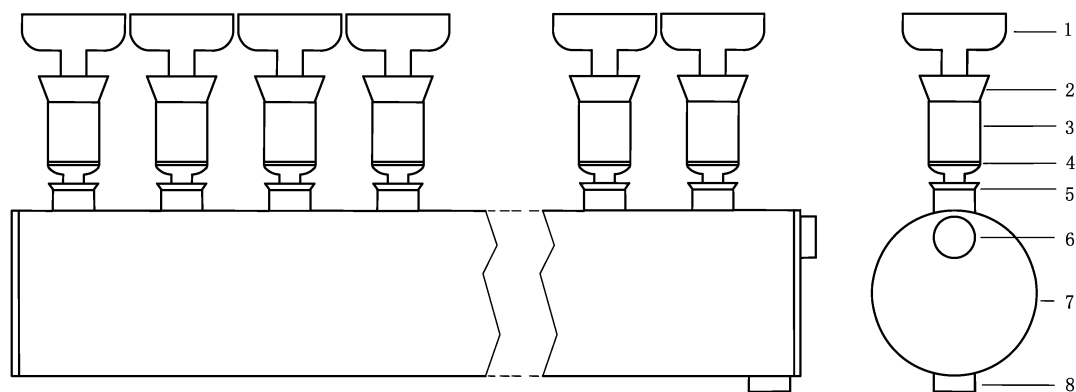
4.2.12 金标准贮存溶液(1.00 mg/mL):称取 0.500 0 g 金($w_{Au} \geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 王水(4.2.3),低温加热至完全溶解,取下冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 金。

4.2.13 金标准溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):移取 50.00 mL 金标准贮存溶液(4.2.12),于 500 mL 容量瓶中,加入 10 mL 王水(4.2.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 金。

4.3 仪器和设备

4.3.1 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(4.2.11),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;

2,5 —— 胶塞;

3 —— 吸附玻璃柱;

4 —— 多孔塑料板;

6 —— 抽气孔;

7 —— 抽滤筒;

8 —— 排废液口。

图 1 活性炭吸附抽滤装置示意图

4.3.2 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 $0.23 \mu\text{g/mL}$ 。
- 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。

4.4 试样

4.4.1 试样粒度不大于 0.074 mm 。

4.4.2 试样应在 $100\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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

按表 6 称取试样,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 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ 各保温 20 min,再升温到 $650\text{ }^{\circ}\text{C}$,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(4.2.4)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(4.2.8),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 $40\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

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 $40\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 盐酸溶液(4.2.5)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 $40\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 氟化氢铵溶液(4.2.6)洗涤吸附柱 4 次~5 次,用 $40\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 盐酸溶液(4.2.5)洗涤 4 次~5 次,用 $40\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水洗涤 4 次~5 次,滤干后停止抽气。

4.5.3.4 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 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灰化完全,取出冷却。加入 3 滴氯化钠溶液(4.2.7),2 mL 王水(4.2.3),置于水浴上溶解,蒸至近干,取下冷却,用盐酸溶液(4.2.5)浸出,按表 6 移入相应体积容量瓶中,用盐酸溶液(4.2.5)稀释至刻度,混匀。

表 6 试样量及定容体积

金的质量分数/(g/t)	试料量/g	容量瓶体积/mL
0.10~1.00	30.0	10
>1.00~5.00	20.0	25
>5.00~20.0	10.0	50
>20.0~50.0	10.0	100
>50.0~100.0	10.0	200

4.5.3.5 于火焰原子吸收光谱仪波长 242.8 nm 处,分别测量试液(4.5.3.4)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。

4.5.4 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(4.2.13),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(4.2.2),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。

4.6 结果计算

按式(13)计算金的质量分数 w_{Au} :

$$w_{Au} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V}{m_0} \dots\dots\dots (13)$$

式中:

w_{Au} ——金的质量分数,单位为克每吨(g/t);

ρ_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($\mu\text{g/mL}$);

ρ_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 ——试料质量,单位为克(g)。

结果保留至小数点后一位,当分析结果小于 10.0 g/t 时,结果保留至小数点后两位。

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)

$w_{Au}/(\text{g/t})$	0.31	1.18	4.89	20.2	48.1	85.9
$r/(\text{g/t})$	0.12	0.22	0.34	1.3	1.8	2.2

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)

$w_{Au}/(g/t)$	0.31	1.18	4.89	20.2	48.1	85.9
$R/(g/t)$	0.19	0.34	0.55	2.1	3.0	3.4

4.8 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 20899.1—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。

5 方法 4: 活性炭富集-碘量法

5.1 方法提要

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 Au^{3+} 还原为 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。

5.2 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。

- 5.2.1 碘化钾。
- 5.2.2 碳酸钠。
- 5.2.3 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。
- 5.2.4 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。
- 5.2.5 冰乙酸($\rho=1.05\text{ g/mL}$)。
- 5.2.6 王水:三体积盐酸(5.2.3)与一体积硝酸(5.2.4)混合,现用现配。
- 5.2.7 王水(1+1):三体积盐酸(5.2.3)、一体积硝酸(5.2.4)与四体积水混合,现用现配。
- 5.2.8 盐酸溶液(5+95)。
- 5.2.9 氟化氢铵溶液(20 g/L)。
- 5.2.10 氯化钠溶液(200 g/L)。
- 5.2.11 乙酸溶液(7+93)。
- 5.2.12 明胶溶液(50 g/L)。
- 5.2.13 乙二胺四乙酸(EDTA)溶液(25 g/L)。
- 5.2.14 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(5.2.9)中浸泡 3 天后抽滤,盐酸溶液(5.2.8)及水各洗涤 3 次。
- 5.2.15 定性滤纸。

5.2.16 活性炭—纸浆混合物:活性炭(5.2.14)与定性滤纸(5.2.15)的质量比为1:2,放入2 L塑料烧杯中,搅碎混匀,盐酸(5.2.8)及水各洗涤3次。

5.2.17 金标准贮存溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):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(5.2.6),低温加热至完全溶解后,加入5滴氯化钠溶液(5.2.10),于水浴上蒸干,冷却后加入2 mL盐酸(5.2.3)重复蒸干2次~3次,加入8 mL盐酸(5.2.3)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 μg 金。

5.2.18 硫代硫酸钠标准溶液的制备:

- a) 硫代硫酸钠标准溶液 I [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.000\ 3\ \text{mol/L}$]: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(5.2.2),用煮沸后冷却的水定容至1 L(溶液pH值为7.2~7.5),混匀。取30 mL上述溶液,加入0.1 g碳酸钠(5.2.2),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。
- b) 硫代硫酸钠标准溶液 II [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.000\ 6\ \text{mol/L}$]: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(5.2.2),用煮沸后冷却的水定容至1 L(溶液pH值为7.2~7.5),混匀。取60 mL上述溶液,加入0.1 g碳酸钠(5.2.2),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。
- c) 硫代硫酸钠标准溶液 III [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.000\ 9\ \text{mol/L}$]: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(5.2.2),用煮沸后冷却的水定容至1 L(溶液pH值为7.2~7.5),混匀。取90 mL上述溶液,加入0.1 g碳酸钠(5.2.2),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。

5.2.19 硫代硫酸钠标准溶液标定:移取含金500 μg 、1 000 μg 和1 500 μg 的金标准贮存溶液(5.2.17)各三份,分别置于50 mL瓷坩埚中,加0.1 g碘化钾(5.2.1),搅拌,立即用硫代硫酸钠标准溶液 I、硫代硫酸钠标准溶液 II 和硫代硫酸钠标准溶液 III 滴定至微黄色后,加3滴~5滴EDTA溶液(5.2.13),加入3滴~5滴淀粉溶液(5.2.20),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(14)计算硫代硫酸钠标准溶液的实际浓度:

$$c = \frac{2 \times m}{M \times (V_1 - V_0) \times 1\ 000} \quad \dots\dots\dots (14)$$

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(μg);

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 $8 \times 10^{-7}\ \text{mol/L}$,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。

5.2.20 淀粉溶液(10 g/L)。

5.3 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(5.2.16),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。

5.4 试样

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

5.5 试验步骤

5.5.1 试料

按表 9 称取试样,精确至 0.01 g。
独立地进行两次测定,结果取其平均值。



表 9 试样量

金的质量分数/(g/t)	试料量/g
0.30~1.00	30.0
>1.00~5.00	20.0
>5.00~20.0	10.0
>20.0~50.0	10.0
>50.0~100.0	10.0

5.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.5.3 测定

- 5.5.3.1 将试料(5.5.1)置于方瓷舟中,放入马弗炉,程序升温 300 ℃、400 ℃、500 ℃各保温 20 min,再升温到 650 ℃,保温 30 min~60 min,取出冷却。
- 5.5.3.2 将试料转入 400 mL 烧杯中,用水润湿,加入王水(5.2.7)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(5.2.12),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 ℃~60 ℃。
- 5.5.3.3 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 ℃~60 ℃盐酸溶液(5.2.8)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 ℃~60 ℃氟化氢铵溶液(5.2.9)洗涤吸附柱 4 次~5 次,用 40 ℃~60 ℃盐酸溶液(5.2.8)洗涤 4 次~5 次,用 40 ℃~60 ℃水洗涤 4 次~5 次,滤干后,停止抽滤。
- 5.5.3.4 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 ℃灰化完全,取出冷却。加入 3 滴氯化钠溶液(5.2.10),加入 2 mL 王水(5.2.6),置于水浴上溶解,蒸至近干,取下冷却,加入适量盐酸(5.2.3),重复蒸干 2 次~3 次。取下加入 5 mL 乙酸溶液(5.2.11),于水浴上微热溶解,取下冷却后,加入 0.1 g 氟化氢铵(5.2.3),再加入 0.2 mL~2 mL 的 EDTA 溶液(5.2.13)(视铜量而定),加入 0.1 g~0.5g 碘化钾(5.2.1),搅拌均匀,根据试料中金的质量分数,按照表 10 选择硫代硫酸钠标准溶液(5.2.18)滴定至微黄色,加 3 滴~5 滴淀粉溶液(5.2.20),继续滴定至蓝色消失,即为终点。

表 10 标准溶液的选择

金的质量分数/(g/t)	硫代硫酸钠标准溶液
0.30~5.00	硫代硫酸钠标准溶液 I
>5.00~60.0	硫代硫酸钠标准溶液 II
>60.0~100.0	硫代硫酸钠标准溶液 III

5.6 结果计算

按式(15)计算金的质量分数 w_{Au} :

$$w_{\text{Au}} = \frac{c \times (V_3 - V_2) \times M \times 1\,000}{2 \times m_0} \quad \dots\dots\dots (15)$$

式中:

w_{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 ——试料质量,单位为克(g)。

结果保留至小数点后一位,当分析结果小于 10.0 g/t 时,结果保留至小数点后两位。

5.7 精密度

5.7.1 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 11 数据采用线性内插法求得。金含量高于最高水平,重复性限按最高水平执行。

表 11 重复性限(方法 4)

$w_{\text{Au}}/(g/t)$	0.32	1.20	4.83	20.4	48.3	85.7
$r/(g/t)$	0.12	0.24	0.36	1.4	1.9	2.2

5.7.2 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 12 数据采用线性内插法求得。金含量高于最高水平,再现性限按最高水平执行。

表 12 再现性限(方法 4)

$w_{\text{Au}}/(g/t)$	0.32	1.20	4.83	20.4	48.3	85.7
$R/(g/t)$	0.21	0.36	0.57	2.3	3.1	3.5

5.8 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 20899.1—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。
-

