



中华人民共和国国家标准

GB/T 20899.2—2019
代替 GB/T 20899.2—2007

金矿石化学分析方法 第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of gold ores—
Part 2: Determination of silver content—
Flame atomic absorption spectrometric method

2019-12-10 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》分为以下部分：

- 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2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 20899.2—2007《金矿石化学分析方法 第2部分：银量的测定》。

本部分与 GB/T 20899.2—2007 相比，除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 8.1 和 8.2）；
- 删除了“允许差”要求（见 2007 年版的第 8 章）；
- 修改了前处理手段，使用聚四氟乙烯烧杯四酸溶样（见 6.3，2007 年版的 6.3.1）。

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、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司、深圳市金质金银珠宝检验研究中心有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、北矿检测技术有限公司、国投金城冶金有限责任公司、赤峰黄金雄风环保科技有限公司、山东国大黄金股份有限公司、招金矿业股份有限公司金翅岭金矿、河南黄金产业技术研究院有限公司、中国地质科学院郑州矿产综合利用研究所。

本部分主要起草人：陈永红、高振广、孟宪伟、洪博、关国军、党宏庆、姜艳水、赵栋杰、杨佩、徐超秀、杨艳朋、强盖昆、李飞繁、王建政、蔡鹏娜、王青丽、刘晓纪、高小飞。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 20899.2—2007。

金矿石化学分析方法

第2部分：银量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 20899 的本部分规定了金矿石中银量的测定方法。

本部分适用于金矿石中银量的测定。测定范围：2.00 g/t~1 000.0 g/t。

2 原理

试料经盐酸、硝酸、高氯酸、氢氟酸分解，在稀盐酸介质中，于火焰原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处，以空气-乙炔火焰测量银的吸光度值，按标准曲线法计算银量。

3 试剂

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。

3.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.3 高氯酸($\rho=1.67$ g/mL)。

3.4 氢氟酸($\rho=1.15$ g/mL)。

3.5 盐酸溶液(3+17)。

3.6 银标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 纯银($w_{\text{Ag}}\geq 99.99\%$)，置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.2)，加热至完全溶解，煮沸驱除氮的氧化物，取下冷却，用不含氯离子的水移入 1 000 mL 棕色容量瓶中，加入 30 mL 硝酸(3.2)，用不含氯离子水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.500 0 mg 银。

3.7 银标准溶液：移取 50.00 mL 银标准贮存溶液(3.6)，于 500 mL 棕色容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(3.2)，用不含氯离子水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 银。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附银空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标的火焰原子吸收光谱仪均可使用：

——灵敏度：在与测量溶液基体相一致的溶液中，银的特征浓度应不大于 0.034 $\mu\text{g/mL}$ 。

——精密度：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 1.0%；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。

5 试样

5.1 试样粒度不大于 0.074 mm。

5.2 试样应在 100 ℃～105 ℃烘干 1 h 后,置于干燥器中冷却至室温。

6 试验步骤

6.1 试料

按表 1 称取 0.20 g～1.00 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,结果取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 50 mL 聚四氟烧杯中,加少量水润湿,加入 5 mL 盐酸(3.1),加热 3 min～5 min,取下加入 3 mL 硝酸(3.2),3 mL 氢氟酸(3.4),2 mL 高氯酸(3.3),低温继续加热至高氯酸冒浓白烟,蒸至湿盐状,取下冷却。按表 1 加入盐酸(3.1),用水吹洗表皿和杯壁,加热使盐类溶解,取下冷却到室温。

6.3.2 按表 1 将试液移入相应体积的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,静置澄清。

表 1 称取试料量和定容体积

银的质量分数/(g/t)	试料量/g	容量瓶体积/mL	盐酸(3.1)/mL
2.00～50.00	1.00	25	4.0
>50.00～100.0	1.00	50	7.5
>100.0～500.0	0.50	100	15.0
>500.0～1 000.0	0.20	100	15.0

6.3.3 在火焰原子吸收光谱仪波长 328.1 nm 处,以随同试料的空白调零,测量吸光度,扣除背景吸收,自标准曲线上查出相应的银的质量浓度。

6.4 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 银标准溶液(3.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(3.5)稀释至刻度,混匀。以试剂空白调零,测量吸光度。以银浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

7 结果计算

按式(1)计算银的质量分数:

$$w_{\text{Ag}} = \frac{\rho \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

w_{Ag} ——银的质量分数，单位为克每吨(g/t)；

ρ ——以试料溶液的吸光度自标准曲线查得银的质量浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$)；

V ——试料溶液的体积，单位为毫升(mL)；

m ——试料的质量，单位为克(g)。

结果保留至小数点后一位，当测定结果小于 100.0 g/t 时，结果保留至小数点后两位。

8 精密度

8.1 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 2 数据采用线性内插法求得。银含量低于最低水平，重复性限按线性外延法求得。

表 2 重复性限

$w_{Ag}/(\text{g/t})$	6.50	21.00	50.50	95.80	294.2	625.1	1 091.3
$r/(\text{g/t})$	1.22	1.72	3.01	5.01	11.5	20.3	40.4

8.2 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 3 数据采用线性内插法求得。银含量低于最低水平，再现性限按线性外延法求得。

表 3 再现性限

$w_{Ag}/(\text{g/t})$	6.50	21.00	50.50	95.80	294.2	625.1	1 091.3
$R/(\text{g/t})$	1.59	3.30	5.76	7.23	17.0	45.3	62.4

9 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 20899.2—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。
-