



中华人民共和国国家标准

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 contents

2007-04-27 发布

2007-11-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
金矿石化学分析方法
第 1 部分:金量的测定
GB/T 20899.1—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字

2007 年 7 月第一版 2007 年 7 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-29638 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

GB/T 20899《金矿石化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：金量的测定；
- 第 2 部分：银量的测定；
- 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。

本部分为 GB/T 20899 的第 1 部分。

本部分由中华人民共和国国家发展和改革委员会提出。

本部分由长春黄金研究院归口。

本部分由国家金银及制品质量监督检验中心(长春)负责起草,河南中原黄金冶炼厂、灵宝黄金股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人:陈菲菲、黄蕊、张玉明、刘鹏飞、徐存生、腾飞、刘冰、魏成磊。

金矿石化学分析方法

第1部分:金量的测定

1 范围

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。

2 火试金重量法测定金量(测定范围:金量 0.20 g/t~150.0 g/t)

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。为了回收渣中残留金,对熔渣进行再次试金。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。

2.2 试剂

2.2.1 碳酸钠:工业纯,粉状。

2.2.2 氧化铅:工业纯,粉状。金量小于 0.02 g/t。

2.2.3 硼砂:工业纯,粉状。

2.2.4 玻璃粉,粒度小于 0.18 mm。

2.2.5 硝酸钾:工业纯,粉状。

2.2.6 硝酸银溶液(10 g/L):称取 5.000 g 银(Ag 的质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(2.2.8),低温加热溶解至完全,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(2.2.10)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。

2.2.7 覆盖剂(2+1):二份碳酸钠与一份硼砂混合。

2.2.8 硝酸($\rho 1.42$ g/mL)优级纯。

2.2.9 硝酸(1+7):不含氯离子。

2.2.10 硝酸(1+2):不含氯离子。

2.2.11 面粉。

2.3 仪器和设备

2.3.1 试金坩埚:材质为耐火粘土。高 130 mm,顶部外径 90 mm,底部外径 50 mm,容积约为 300 mL。

2.3.2 镁砂灰皿:顶部内径约 35 mm,底部外径约 40 mm,高 30 mm,深约 17 mm。

制法:水泥(标号 425)、镁砂(180 μm)与水按质量比(15:85:10)搅和均匀,在灰皿机上压制成型,阴干三个月后备用。

2.3.3 分金试管:25 mL 比色管。

2.3.4 天平:感量 0.1 g 和 0.01 g。

2.3.5 试金天平:感量 0.01 mg。

2.3.6 熔融电炉:使用温度在 1 200 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.3.7 灰吹电炉:使用温度在 950 $^{\circ}\text{C}$ 。

2.3.8 粉碎机:密封式制样粉碎机。

2.4 试样

2.4.1 试样粒度不大于 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 分析步骤

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。称样量一般为 20 g~50 g,精确至 0.01 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

2.5.2 试剂中金空白值的测定

每批氧化铅都要测定其中金量。每次称取三份氧化铅进行平行测定,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)、35 g 玻璃粉(2.2.4)、3 g 面粉(2.2.11),以下按 2.5.4.2,2.5.4.4,2.5.4.5 进行,测定金量。

2.5.3 试样还原力的测定

2.5.3.1 测定法:

a) 称取 5 g 试料,10 g 碳酸钠(2.2.1)、80 g 氧化铅(2.2.2)、10 g 玻璃粉(2.2.4)、2 g 面粉(2.2.11),以下按 2.5.4.2 操作。称量所得铅扣量 m_1 。

b) 不含试料,称取 10 g 碳酸钠(2.2.1)、80 g 氧化铅(2.2.2)、10 g 玻璃粉(2.2.4)、2 g 面粉(2.2.11),以下按 2.5.4.2 操作。称量所得铅扣量 m_2 ,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 ——称取试料所得铅扣量,单位为克(g);

m_2 ——未加试料所得铅扣量,单位为克(g);

m_0 ——试料量,单位为克(g)。

2.5.3.2 计算法:

按式(2)计算试样的还原力:

$$F = w(S) \times 20 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

F ——试样的还原力;

$w(S)$ ——试样中硫的质量分数,用%表示;

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:根据试样的化学组成、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:为试样量(2.5.1)的 1.5 倍~2.0 倍。

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。

玻璃粉(2.2.4)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 1.5~2.0 硅酸度时,所需的二氧化硅总量中,减去称取试样中含有的二氧化硅量。此二氧化硅量的三分之一用硼砂

代替,三分之二按 0.4g 二氧化硅相当于 1g 玻璃粉计算出玻璃粉(2.2.4)加入量。

硼砂(2.2.3)加入量:按所需补加二氧化硅量的三分之一,除以 0.39 计算。但至少不能少于 5 g。

硝酸钾(2.2.5)和面粉(2.2.11)的加入量:按式(4)、式(5)计算

$$\text{当 } m_0 F > 30 \text{ 时,} \quad m_4 = \frac{m_0 F - 30}{4} \quad \dots\dots\dots(4)$$

$$\text{当 } m_0 F < 30 \text{ 时,} \quad m_5 = \frac{30 - m_0 F}{12} \quad \dots\dots\dots(5)$$

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)及上述配料置于粘土坩锅中,搅拌均匀后,加入 0.5 mL~3.0 mL 硝酸银溶液(2.2.6),覆盖约 10 mm 厚的覆盖剂(2.2.7)。

2.5.4.2 熔融:将坩锅置于炉温为 800℃的熔融电炉内,关闭炉门,升温至 900℃,保温 15 min,再升温至 1100℃~1200℃,保温 10 min 后出炉。将坩锅平稳地旋动数次,并在铁板上轻轻敲击 2 下~3 下,使附着在坩锅壁上的铅珠下沉,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~40 g)。收集熔渣保留铅扣。

2.5.4.3 二次试金:将熔渣粉碎后(180 μm),按面粉法配料,进行二次试金。

方法:将熔渣(全量)、20 g 碳酸钠(2.2.1)、10 g 玻璃粉(2.2.4)、30 g 氧化铅(2.2.2)、5 g 硼砂(2.2.3)、3 g 面粉(2.2.11)置于原坩锅中,搅拌均匀后,覆盖约 10 mm 厚的覆盖剂(2.2.7),以下按 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℃高温炉中预热 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 850℃灰吹至铅扣剩 2 g 左右,取出灰皿冷却后,将剩余铅扣与一次试金铅扣同时放入已预热过的新灰皿中。按上述操作再次进行灰吹。至接近灰吹终点时,升温至 880℃,使铅全部吹尽,将灰皿移至炉门口放置 1 min,取出冷却。

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

2.5.4.5 分金:将合金薄片放入分金试管中,并加入 10 mL 微沸的硝酸(2.2.9),把分金试管置入沸水中加热。待合粒与酸反应停止后,取出分金试管,倾出酸液。再加入 10 mL 微沸的硝酸(2.2.10),再于沸水中加热 20 min。取出分金试管,倾出酸液,用蒸馏水洗净金粒后,移入坩锅中,在 600℃高温炉中灼烧 2 min~3 min,冷却后,将金粒放在试金天平上称量。

2.6 结果计算

按式(6)计算金的质量分数:

$$w(\text{Au}) = \frac{m_8 - m_7}{m_0} \times 1000 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$w(\text{Au})$ ——金的质量分数,单位为克每吨(g/t);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

m_8 ——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);

分析结果小于 10.0 g/t 的表示至两位小数,大于 10.0 g/t 的表示至一位小数。

2.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

单位为克每吨(g/t)

金质量分数	允许差
0.20~1.00	0.30
>1.00~2.00	0.40
>2.00~3.00	0.50
>3.00~5.00	0.60
>5.00~7.00	0.75
>7.00~10.0	1.00
>10.0~15.0	1.40
>15.0~20.0	1.80
>20.0~30.0	2.0
>30.0~40.0	2.4
>40.0~60.0	2.7
>60.0~80.0	3.0
>80.0~100.0	3.5
>100.0~150.0	4.0

3 火试金富集-原子吸收光谱法测定金量(测定范围:金量 0.10 g/t~100.0 g/t)

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。为了回收渣中残留金,对熔渣进行再次试金。通过灰吹使金、银与铅扣分离,得到金、银合粒。合粒经硝酸和王水溶解,用原子吸收光谱法测定金量。

3.2 试剂

3.2.1 碳酸钠:工业纯,粉状。

3.2.2 氧化铅:工业纯,粉状。金量小于 0.02 g/t。

3.2.3 硼砂:工业纯,粉状。

3.2.4 玻璃粉粒度小于 0.18 mm。

3.2.5 硝酸钾:工业纯,粉状。

3.2.6 金标样(Au 的质量分数 \geq 99.99%)。

3.2.7 硝酸银溶液(10 g/L):称取 5.000 g 银(Ag 的质量分数 \geq 99.99%),置于 300 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.2.9),低温加热溶解至完全,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(3.2.11)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。

3.2.8 覆盖剂(2+1):二份碳酸钠与一份硼砂混合。

3.2.9 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2.10 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2.11 硝酸(1+2)。

3.2.12 王水:三份体积盐酸、一份体积硝酸混合,现用现配。

3.2.13 面粉。

3.2.14 金标准贮存溶液:称取 0.500 0 g 金标样(3.2.6),置于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 王水(3.2.12),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(3.2.12)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。

3.2.15 金标准溶液:移取 50.00 mL 金标准贮存溶液(3.2.14),于 500 mL 容量瓶中,加入 10 mL 王水(3.2.12),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 金。

3.3 仪器和设备

3.3.1 试金坩埚:材质为耐火粘土。高 130 mm,顶部外径 90 mm,底部外径 50 mm,容积约为 300 mL。

3.3.2 镁砂灰皿:顶部内径约 35 mm,底部外径约 40 mm,高 30 mm,深约 17 mm。

制法:水泥(标号 425)、镁砂(180 μm)与水按质量比(15:85:10)搅和均匀,在灰皿机上压制成型,阴干三个月后备用。

3.3.3 天平:感量 0.1 g 和 0.01 g。

3.3.4 熔融电炉:使用温度在 1 200 $^{\circ}\text{C}$ 。

3.3.5 灰吹电炉:使用温度在 950 $^{\circ}\text{C}$ 。

3.3.6 粉碎机:密封式制样粉碎机。

3.3.7 原子吸收光谱仪,附金空心阴极灯。

在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最高浓度标准溶液的平均吸光度的 0.5%。

工作曲线线性:将工作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 0.7。

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 分析步骤

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。

独立地进行两次测定,取其平均值。

3.5.2 试剂中金空白值的测定

每批氧化铅都要测定其中金量。每次称取三份氧化铅进行平行测定,取其平均值。

方法:称取 200 g 氧化铅(3.2.2)、40 g 碳酸钠(3.2.1)、35 g 玻璃粉(3.2.4)、3 g 面粉(3.2.13),以下按 3.5.4.2,3.5.4.4,3.5.4.5 进行,测定金量。

3.5.3 试样还原力的测定

3.5.3.1 测定法:

a) 称取 5 g 试料,10 g 碳酸钠(3.2.1)、80 g 氧化铅(3.2.2)、10 g 玻璃粉(3.2.4)、2 g 面粉(3.2.11),以下按 6.4.2 款操作。称量所得铅扣量 m_1 。

b) 不含试料,称取 10 g 碳酸钠(3.2.1)、80 g 氧化铅(3.2.2)、10 g 玻璃粉(3.2.4)、2 g 面粉(3.2.11),以下按 3.5.4.2 操作。称量所得铅扣量 m_2 ,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 ——称取试料所得铅扣量,单位为克(g);
- m_2 ——未加试料所得铅扣量,单位为克(g);
- m_0 ——试料量,单位为克(g)。

3.5.3.2 计算法:

按式(8)计算试样的还原力:

$$F = w(S) \times 20 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中: F ——试样的还原力;

$w(S)$ ——试样中硫的质量分数,用(%)表示;

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:为试样量(3.5.1)的 1.5 倍~2.0 倍。

氧化铅(3.2.2)加入量按式(9)计算:

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

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。

玻璃粉(3.2.4)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 1.5~2.0 硅酸度时,所需的二氧化硅总量中,减去称取试样中含有的二氧化硅量。此二氧化硅量的三分之一用硼砂代替,三分之二按 0.4 g 二氧化硅相当于 1 g 玻璃粉计算出玻璃粉(3.2.4)加入量。

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。但至少不能少于 5 g。

硝酸钾(3.2.5)和面粉(3.2.13)的加入量,按式(10)、式(11)计算:

当 $m_0 F > 30$ 时,
$$m_4 = \frac{m_0 F - 30}{4} \quad \dots\dots\dots(10)$$

当 $m_0 F < 30$ 时,
$$m_5 = \frac{30 - m_0 F}{12} \quad \dots\dots\dots(11)$$

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 ——试料的质量,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~3.0 mL 硝酸银溶液(3.2.7)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℃ 的熔融电炉内,关闭炉门,升温至 900℃,保温 15 min,再升温至 1 100℃~1 200℃,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~40 g)。收集熔渣保留铅扣。

3.5.4.3 二次试金:将熔渣粉碎后(180 μm),按面粉法配料,进行二次试金。

方法:将熔渣(全量)、20 g 碳酸钠(3.2.1)、10 g 玻璃粉(3.2.4)、30 g 氧化铅(3.2.2)、5 g 硼砂(3.2.3)、3 g 面粉(3.2.13)置于原坩埚中,搅拌均匀后,覆盖约 10 mm 厚的覆盖剂(3.2.8),以下按 3.5.4.2 进行,弃去熔渣,保留铅扣。

3.5.4.4 灰吹:将二次试金铅扣放入已在 950℃ 炉中预热 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 850℃灰吹至铅扣剩 2 g 左右,取出灰皿冷却后,将剩余铅扣与一次试金铅扣同时放入已预热过的新灰皿中。按上述操作再次进行灰吹。至接近灰吹终点时,升温至 880℃,使铅全部吹尽,将灰皿移至炉门口放置 1 min,取出冷却。

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

3.5.5 原子吸收光谱测定

3.5.5.1 将金银合粒薄片置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(3.2.11),低温加热溶解银,小心倾去溶液,加入 2 mL 王水(3.2.12),低温加热至完全溶解,蒸至近干,加入 1 mL 盐酸(3.2.10)加热溶解盐类,取下冷至室温。按表 2 移入容量瓶中,用盐酸溶液(1+19)稀释至刻度,混匀。

表 2

金质量分数/(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,自工作曲线上查出相应的金浓度。

3.5.6 工作曲线的绘制

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(3.2.15),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.2.10),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,绘制工作曲线。

3.6 结果计算

按式(12)计算金的质量分数:

$$w(\text{Au}) = \frac{(c_1 - c_0)V}{m_0} \dots\dots\dots (12)$$

式中:

- w(Au)——金的质量分数,单位为克每吨(g/t);
- c₁——自工作曲线上查得试液的金浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- c₀——自工作曲线上查得空白试液的金浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V——试液的总体积,单位为毫升(mL);
- m₀——试料的质量,单位为克(g);

分析结果小于 10.0 g/t 的表示至两位小数,大于 10.0 g/t 的表示至一位小数。

3.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

单位为克每吨(g/t)

金质量分数	允许差
0.10~0.20	0.10
>0.20~0.50	0.20
>0.50~1.00	0.30
>1.00~2.00	0.40

表 3 (续)

单位为克每吨(g/t)

金质量分数	允 许 差
>2.00~3.00	0.50
>3.00~5.00	0.60
>5.00~7.00	0.75
>7.00~10.0	1.0
>10.0~15.0	1.4
>15.0~20.0	1.8
>20.0~30.0	2.0
>30.0~40.0	2.4
>40.0~60.0	2.7
>60.0~80.0	3.0
>80.0~100.0	3.5



GB/T 20899.1-2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-29638

定价: 14.00 元