



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 7739.4—2007

## 金精矿化学分析方法 第4部分：铜量的测定

Methods for chemical analysis of gold concentrates—  
Part 4: Determination of copper 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

## 前 言

GB/T 7739《金精矿化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：金量和银量的测定；
- 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：铈量的测定；
- 第 11 部分：砷量和铋量的测定。

本部分为 GB/T 7739 的第 4 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、鲍姝玲、刘正红、魏成磊。

# 金精矿化学分析方法

## 第4部分:铜量的测定

### 1 范围

本部分规定了金精矿中铜含量的测定方法。

本部分适用于金精矿中铜含量的测定。

### 2 火焰原子吸收光谱法测定铜量(测定范围:0.050%~2.00%)

#### 2.1 方法提要

试料经盐酸、硝酸溶解。在稀盐酸介质中,于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,以空气-乙炔火焰测量铜的吸光度。按标准曲线法计算铜的含量。

#### 2.2 试剂

2.2.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

2.2.2 硝酸( $\rho$  1.42 g/mL)。

2.2.3 盐酸(1+1)。

2.2.4 铜标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铜(Cu 的质量分数 $\geq$ 99.99%)置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(2.2.2),盖上表面皿,于电热板上低温加热至完全溶解,煮沸驱赶氮的氧化物。取下冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

2.2.5 铜标准溶液:移取 25.00 mL 铜标准贮存溶液(2.2.4)于 250 mL 容量瓶中,加入 25 mL 盐酸(2.2.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu$ g 铜。

#### 2.3 仪器

原子吸收光谱仪,附铜空心阴极灯。

在仪器最佳条件下,凡能达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用。

灵敏度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,铜的特征浓度应不大于 0.034  $\mu$ 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%。

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 0.8。

#### 2.4 试样

2.4.1 试样粒度不大于 0.074 mm。

2.4.2 试样在 100 $^{\circ}$ C~105 $^{\circ}$ C 烘箱中烘 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

称取 0.20 g 试样,精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

##### 2.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

##### 2.5.3 测定

2.5.3.1 将试料(2.5.1)置于 200 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 15 mL 盐酸(2.2.1),盖上表面皿,

于电热板上低温加热溶解 5 min,加 5 mL 硝酸(2.2.2),继续加热,待试料完全溶解后,蒸至近干,取下。加入 10 mL 盐酸(2.2.3),用水吹洗表面皿及杯壁,加热使盐类完全溶解,取下冷至室温。

2.5.3.2 将试液按表 1 移入相应的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

表 1

铜质量分数/%	试液体积/mL	分取体积/mL	稀释体积/mL	补加盐酸(2.2.3)/mL
0.05~0.10	100	—	—	—
>0.10~0.50	100	10.00	50	4.00
>0.50~2.00	100	10.00	100	9.00

2.5.3.3 于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,使用空气-乙炔火焰,以水调零,测量试液的吸光度,减去随同试料的空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铜浓度。

#### 2.5.4 工作曲线的绘制

准确移取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 铜标准溶液(2.2.5),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(2.2.3),用水稀释至刻度,混匀。在与测量试液相同条件下,测量系列铜标准溶液的吸光度,减去零浓度溶液的吸光度,以铜的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

#### 2.6 结果计算

按式(1)计算铜的质量分数:

$$w(\text{Cu}) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$w(\text{Cu})$ ——铜的质量分数,用(%)表示;

$c$ ——自工作曲线上查得的铜浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$V_0$ ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——分取试液稀释后的体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至两位小数,若质量分数小于 0.10% 时,表示至三位小数。

#### 2.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

单位为 %

铜质量分数	允许差
0.050~0.20	0.030
>0.20~0.50	0.05
>0.50~1.00	0.08
>1.00~2.00	0.12

### 3 硫代硫酸钠碘量法测定铜量(测定范围:2.00%~25.00%)

#### 3.1 方法提要

试料经盐酸、硝酸分解,用乙酸铵溶液调节溶液的 pH 值为 3.0~4.0,用氟化氢铵掩蔽铁,加入碘化钾与二价铜离子作用,析出的碘以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定。根据消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积计算铜的含量。

#### 3.2 试剂

##### 3.2.1 碘化钾。

3.2.2 金属铜(Cu的质量分数 $\geq 99.99\%$ )。

将金属铜放入冰乙酸(3.2.9)中,煮沸1 min,取出后依次用水和无水乙醇(3.2.11)分别冲洗两次以上,在100℃烘箱中烘4 min,冷却,置于磨口试剂瓶中备用。

## 3.2.3 氟化氢铵。

3.2.4 盐酸( $\rho 1.19$  g/mL)。3.2.5 硝酸( $\rho 1.42$  g/mL)。3.2.6 高氯酸( $\rho 1.67$  g/mL)。

## 3.2.7 硝酸(1+1)。

3.2.8 冰乙酸( $\rho 1.05$  g/mL)。

## 3.2.9 冰乙酸(1+3)。

## 3.2.10 溴。

## 3.2.11 无水乙醇。

## 3.2.12 氟化氢铵饱和溶液:贮存于聚乙烯瓶中。

3.2.13 乙酸铵溶液(300 g/L):称取90 g乙酸铵,置于400 mL烧杯中,加150 mL水和100 mL冰乙酸(3.2.8),溶解后,用水稀释至300 mL,混匀,此溶液pH值约为5。

## 3.2.14 三氯化铁溶液(100 g/L)。

3.2.15 硫氰酸钾溶液(100 g/L):称取10 g硫氰酸钾于400 mL烧杯中,加入约100 mL水溶解后,加入2 g碘化钾(3.2.1),待溶解后,加入2 mL淀粉溶液(3.2.16),滴加碘溶液(0.04 mol/L)至刚呈蓝色,再用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至蓝色刚消失。

## 3.2.16 淀粉溶液(5 g/L)。

3.2.17 铜标准溶液:称取金属铜(3.2.2)0.500 0 g置于500 mL锥形烧杯中,缓慢加入20 mL硝酸(3.2.7),盖上表面皿,置于电热板上低温处,加热使其完全溶解,取下,用水吹洗表面皿及杯壁,冷至室温。将溶液移入500 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 mg铜。

3.2.18 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0.02$  mol/L]

## 3.2.18.1 配制

称取50 g硫代硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )置于500 mL烧杯中,加入2 g无水碳酸钠溶于约300 mL煮沸并冷却的蒸馏水中,移入10 L棕色试剂瓶中。用煮沸并冷却的蒸馏水稀释至约10 L,加入10 mL三氯甲烷,静置两周,使用时过滤,补加1 mL三氯甲烷,混匀,静置2 h。

## 3.2.18.2 标定

移取50.00 mL铜标准溶液(3.2.17)于500 mL锥形烧杯中,加入5 mL硝酸(3.2.5),加入1 mL三氯化铁溶液(3.2.14),置于电热板低温处蒸至溶液体积约为1 mL。取下冷却,用约30 mL水吹洗杯壁,煮沸,取下冷至室温。按照分析步骤(3.4.3.2)进行标定。记下硫代硫酸钠标准滴定溶液在滴定中消耗的体积 $V_2$ 。随同标定做空白试验。

按式(2)计算硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1}{(V_2 - V_0) \times 0.063\ 55} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$c_0$ ——铜标准溶液的质量浓度,单位为克每毫升(g/mL);

$V_1$ ——移取铜标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——滴定铜标准溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——标定时空白溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.063 55——与1.00 mL硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 1.000$  mol/L]相当的铜的摩

尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定三份,测定值保留四位有效数字,其极差值不大于  $8 \times 10^{-5}$  mol/L 时,取其平均值,否则,重新标定。此溶液每隔一周后必须重新标定一次。

### 3.3 试样

3.3.1 试样粒度不大于 0.074 mm。

3.3.2 试样在 100℃~105℃ 烘箱中烘 1 h 后,置于干燥器中冷至室温。

### 3.4 分析步骤

#### 3.4.1 试料

按表 3 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 3

铜质量分数/%	试料量/g
2.00~10.00	0.50
>10.00~25.00	0.30

独立地进行两次测定,取其平均值。

#### 3.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 3.4.3 测定

3.4.3.1 将试料(3.4.1)置于 500 mL 锥形烧杯中。用少量水润湿,加入 10 mL 盐酸(3.2.4),置于电热板上低温加热 3 min~5 min,取下稍冷,加入 5 mL 硝酸(3.2.5)和 0.5 mL 溴(3.2.10),盖上表面皿,混匀,低温加热,待试料完全溶解后,取下稍冷,用少量水洗涤表面皿,继续加热蒸至近干,取下冷却。

注 1: 若试料中硅含量较高时,需加入 0.5 g 氟化氢铵(3.2.3)。

注 2: 若试料中碳含量较高时,需加入 2 mL~5 mL 高氯酸(3.2.6),加热溶解至无黑色残渣,并蒸干。

注 3: 若试料中含硅、碳均高时,加 0.5 g 氟化氢铵(3.2.3)和 5 mL~10 mL 高氯酸(3.2.6)。

3.4.3.2 用 30 mL 水洗涤表面皿及杯壁,盖上表面皿,置于电热板上煮沸,使可溶性盐类完全溶解,取下冷至室温。滴加乙酸铵溶液(3.2.13)至红色不再加深并过量 4 mL,然后加入 4 mL 氟化氢铵饱和溶液(3.2.12),混匀。加入 3 g 碘化钾(3.2.1)摇动溶解,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.2.18)滴定至浅黄色,加入 2 mL 淀粉溶液(3.2.16),继续滴定至浅蓝色,加入 5 mL 硫氰酸钾溶液(3.2.15),激烈振荡至蓝色加深,再滴定至蓝色刚好消失为终点,记录消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积  $V_3$ 。

注 4: 若试料铁含量极少时,滴加乙酸铵溶液前补加 1 mL 三氯化铁溶液(3.2.14)。

注 5: 若试料铅、铋含量高时,需提前加 2 mL 淀粉溶液(3.2.16)。

### 3.5 结果计算

按式(3)计算铜的质量分数:

$$w(\text{Cu}) = \frac{c(V_3 - V_4) \times 0.063\ 55}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$w(\text{Cu})$ ——铜的质量分数,用(%)表示;

$c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_3$ ——试料溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_4$ ——空白溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);

0.063 55——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 1.000$  mol/L] 相当的铜的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果表示至两位小数。

### 3.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表4所列允许差。

表 4

单位为%

铜质量分数	允 许 差
2.00~6.00	0.14
>6.00~10.00	0.16
>10.00~13.00	0.18
>13.00~17.00	0.20
>17.00~21.00	0.22
>21.00~25.00	0.24

中华人民共和国  
国家标准  
金精矿化学分析方法  
第4部分：铜量的测定  
GB/T 7739.4—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](http://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

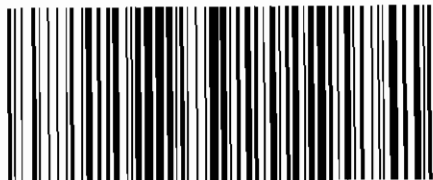
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字  
2007年7月第一版 2007年7月第一次印刷

\*

书号：155066·1-29573 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



GB/T 7739.4—2007