



中华人民共和国国家标准

GB/T 7739.1—2007
代替 GB/T 7739.1—1987

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

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：铋量的测定；
- 第 11 部分：砷量和铋量的测定。

本部分为 GB/T 7739 的第 1 部分。

本部分代替 GB/T 7739.1—1987《金精矿化学分析方法 火试金法测定金量和银量》。

本部分与 GB/T 7739.1—1987 相比，除进行了编辑性修改外，主要变化如下：

- 对测定范围进行了调整，金的测定范围由 40.0 g/t~450.0 g/t 调整为 20.0 g/t~550.0 g/t，
银的测定范围由 200.0 g/t~500.0 g/t 调整为 200.0 g/t~10 000.0 g/t。

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、卢新根、苏本臣。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 7739.1—1987。

金精矿化学分析方法

第1部分：金量和银量的测定

1 范围

本部分规定了金精矿中金量和银量的测定方法。

本部分适用于金精矿中金量和银量的测定。测定范围：金量 20.0 g/t~550.0 g/t；银量 200.0 g/t~10 000.0 g/t。

2 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、银，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，用重量法测定金量和银量。

3 试剂

- 3.1 碳酸钠：工业纯，粉状。
- 3.2 氧化铅：工业纯，粉状。金量小于 0.02 g/t，银量小于 0.2 g/t。
- 3.3 硼砂：工业纯，粉状。
- 3.4 玻璃粉：粒度小于 0.18 mm。
- 3.5 硝酸钾：工业纯，粉状。
- 3.6 金属银（Ag 的质量分数 $\geq 99.99\%$ ）。
- 3.7 覆盖剂（2+1）：二份碳酸钠与一份硼砂混合。
- 3.8 硝酸（ $\rho 1.42$ g/mL）优级纯。
- 3.9 硝酸（1+7）：不含氯离子。
- 3.10 硝酸（1+2）：不含氯离子。
- 3.11 面粉。
- 3.12 铅箔（Pb 的质量分数 $\geq 99.99\%$ ）：厚度约 0.1 mm，不含金银。
- 3.13 冰乙酸（ $\rho 1.05$ g/mL）。
- 3.14 冰乙酸（1+3）。

4 仪器和设备

- 4.1 试金坩埚：材质为耐火黏土。高 130 mm，顶部外径 90 mm，底部外径 50 mm，容积约为 300 mL。
- 4.2 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（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，阴干三个月后备用。
- 4.3 分金试管：25 mL 比色管。
- 4.4 天平：感量 0.1 g 和 0.01 g。
- 4.5 试金天平：感量 0.01 mg。
- 4.6 熔融电炉：使用温度在 1 200℃。
- 4.7 灰吹电炉：使用温度在 950℃。

4.8 粉碎机:密封式制样粉碎机。

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 分析步骤

6.1 试料

根据各种类型金精矿的组成和还原力,计算试料称取量和试剂的加入量。控制硝酸钾(3.5)加入量小于 30 g。称取试样 10 g~30 g,精确至 0.01 g。

独立进行两次测定,取其平均值。

6.2 试剂中金、银空白值的测定

每批氧化铅都要测定其中金、银量。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)、40 g 碳酸钠(3.1)、35 g 玻璃粉(3.4)、3 g 面粉(3.11),以下按 6.4.2、6.4.4、6.4.5 进行,测定金、银量。

6.3 试样还原力的测定

6.3.1 测定法:

称取 5 g 试料,10 g 碳酸钠(3.1)、60 g 氧化铅(3.2)、10 g 玻璃粉(3.4),以下按 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 ——铅扣量,单位为克(g);

m_2 ——试料量,单位为克(g)。

6.3.2 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。

6.4 测定

6.4.1 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(3.1)加入量:为试样量(6.1)的 1.5 倍~2.0 倍。

氧化铅(3.2)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少于 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,需补加 30 倍~50 倍铜量的氧化铅。

玻璃粉(3.4)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0.5~1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(3.4)加入量。

硼砂(3.3)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。

硝酸钾和面粉的加入量按式(4)、式(5)计算:

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

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

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 ——试料的质量,单位为克(g);

F ——试样的还原力。

将试料(6.1)及上述配料置于粘土坩埚中,搅拌均匀后,覆盖约10 mm厚的覆盖剂(3.7)。

6.4.2 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1100℃~1200℃,保温10 min后出炉。将坩埚平稳地转动数次,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。

6.4.3 二次试金:将熔渣粉碎后(0.18 mm),按面粉法配料,进行二次试金。

方法:将熔渣(全量)、20 g碳酸钠(3.1)、10 g玻璃粉(3.4)、30 g氧化铅(3.2)、5 g硼砂(3.3)、3 g面粉(3.11)置于原坩埚中,搅拌均匀后,覆盖约10 mm厚的覆盖剂(3.7),以下按6.4.2进行,弃去熔渣,保留铅扣。

6.4.4 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。

用小镊子将合粒从灰皿中取出,刷去粘附杂质,置于30 mL瓷坩埚中,加入20 mL乙酸(3.14),置于低温电热板上,保持近沸,并蒸至约10 mL,取下冷却,倾出液体,用热水洗涤三次,放在电炉上烤干,取下冷却,称重,即为合粒质量。将合粒在小钢砧上锤成0.2 mm~0.3 mm薄片,然后在试金天平上称量。如果合粒中金与银比值小于或等于五分之一时,可直接分金。大于五分之一须补银。再锤成0.2 mm~0.3 mm薄片。

补银方法:

灰吹法:把合粒和需补的银(3.6)用3 g~5 g铅箔(3.12)包好,按6.4.4进行。

6.4.5 分金:将金银薄片放入分金试管中,并加入10 mL硝酸(3.9),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(3.10),再于沸水中加热30 min。取出分金试管,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,将金粒放在试金天平上称量。

7 结果计算

按式(6)、式(7)计算金、银的质量分数:

$$w(\text{Au}) = \frac{m_8 - m_3}{m_0} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(6)$$

$$w(\text{Ag}) = \frac{(m_7 - m_6 - m_9) \times 1.01}{m_0} \times 1\,000 \dots\dots\dots(7)$$

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_7 ——金银合粒的质量,单位为毫克(mg);
- m_6 ——金粒质量,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);
- 1.01——银灰吹损失修正系数。

分析结果表示至小数点后第一位。

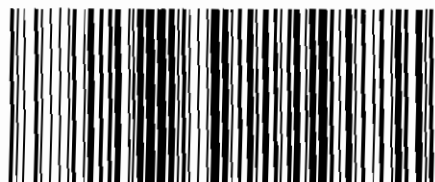
8 允许差

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	银质量分数	允许差
20.0~30.0	2.0	200.0~300.0	20.0
>30.0~40.0	2.4	>300.0~400.0	30.0
>40.0~60.0	2.7	>400.0~500.0	40.0
>60.0~80.0	3.0	>500.0~1 000.0	50.0
>80.0~100.0	3.5	>1 000.0~1 500.0	60.0
>100.0~150.0	4.0	>1 500.0~2 000.0	70.0
>150.0~250.0	5.0	>2 000.0~2 500.0	80.0
>250.0~350.0	6.0	>2 500.0~3 000.0	90.0
>350.0~450.0	7.0	>3 000.0~3 500.0	100.0
>450.0~550.0	8.0	>3 500.0~4 000.0	110.0
		>4 000.0~5 000.0	120.0
		>5 000.0~6 000.0	130.0
		>6 000.0~7 000.0	140.0
		>7 000.0~8 000.0	160.0
		>8 000.0~9 000.0	180.0
		>9 000.0~10 000.0	200.0



GB/T 7739.1—2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-29570

定价: 10.00 元