



中华人民共和国国家标准

GB/T 11066.1—2008
代替 GB/T 11066.1—1989

金化学分析方法 金量的测定 火试金法

Methods for chemical analysis of gold—
Determination of gold content—
Fire assaying method

2008-06-09 发布

2008-12-01 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 11066《金化学分析方法》分为如下 10 个部分：

- GB/T 11066.1 金化学分析方法 金量的测定 火试金法；
- GB/T 11066.2 金化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 11066.3 金化学分析方法 铁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 11066.4 金化学分析方法 铜、铅和铋量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 11066.5 金化学分析方法 银、铜、铁、铅、铋和铊量的测定 原子发射光谱法；
- GB/T 11066.6 金化学分析方法 镁、镍、锰和钡量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- GB/T 11066.7 金化学分析方法 银、铜、铁、铅、铋、钡、镁、锡、镍、锰和铬量的测定 火花原子发射光谱法；
- GB/T 11066.8 金化学分析方法 银、铜、铁、铅、铋、铈、钡、镁、镍、锰和铬量的测定 乙酸乙酯萃取-ICP-AES 法；
- GB/T 11066.9 金化学分析方法 砷和锡量的测定 氢化物-原子荧光光谱法；
- GB/T 11066.10 金化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法。

本部分为第 1 部分。

本部分代替 GB/T 11066.1—1989《金化学分析方法 火试金法测定金量》。本部分与 GB/T 11066.1—1989 相比，主要有如下的变动：

- 将灰皿制作材料由“纯骨灰制成”改为“纯骨灰或镁砂制成”；
- 增加了试样条款；
- 将取样量“称取 1.000 00 g 试料”更改为“称取 0.50 或 1.00 g 试料”，由“每份试料及标样与 2.5 g 纯银”更改为“每份试料及纯金标样加 1.25 g 或 2.5 g 纯银”；
- 将碾片中“由两端向片中线卷成两个相同的圆筒”内容，更改为“将退火后的金银片卷成圆筒状”；
- 第三次分金中增加了“当试料称取量为 1.00 g 时，进行第三次分金”；
- 在“分析结果的计算”条款内重新表述计算公式和结果的单位，并增加了计算结果表示到小数点后的位数内容；
- 用精密度代替允许差；
- 增加了质量保证和控制条款。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由成都印钞公司负责起草。

本部分由成都印钞公司、沈阳造币厂、国家金银及制品质量监督检验中心起草。

本部分由上海造币厂、北京矿冶研究总院参加起草。

本部分主要起草人：王自森、陈杰、赖茂明、王德雨、张勃、黄蕊、陈菲菲、李华昌、符斌、于力、牟华、张波、孟波、薛世纯、魏灵芝、郭德谦。

本部分主要验证人：杜培勇、李天沸、何清平、张梅、朱秀芬、黄敏华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 11066.1—1989。

金化学分析方法

金量的测定 火试金法

1 范围

本部分规定了金中金含量的测定方法。

本部分适用于金中金含量的测定。测定范围：99.50%~99.95%。

2 方法提要

试料加入适量的银，包于铅箔中，于 920℃ 进行灰吹，使铅及杂质氧化与金银分离，金银合金颗粒留在灰皿中。由金银合金颗粒制成的合金卷经硝酸分金后称重，用随同测定的纯金标样校正后计算试料的金含量。

3 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，如蒸馏水、去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 铅箔：(纯铅，Pb 质量分数不小于 99.99%)，碾成 0.1 mm 薄片，剪成正方形，每张重约 3 g。
- 3.2 纯银：(Ag，质量分数不小于 99.99%)。
- 3.3 硝酸(1+1)
- 3.4 硝酸(2+1)
- 3.5 纯金标样(金的质量分数不小于 99.98%)。

4 仪器和器具

- 4.1 箱式高温炉
- 4.2 天平：感量 0.01 mg。
- 4.3 碾片机：可碾厚度 0.1 mm。
- 4.4 分金篮：用 0.5 mm~1.0 mm 不锈钢片(或用铂金网)制成。
- 4.5 灰皿：纯骨灰或镁砂制成，尺寸 $\phi \times h$ ：30 mm×20 mm，凹面深度为 10 mm。
- 4.6 长柄灰皿钳子。

5 试样

为避免试样表面污染，可用(1+1)热盐酸浸泡 15 min。由水洗净后用酒精或丙酮冲洗 2 次，在 105℃~110℃ 烘箱内烘干。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.50 g 或 1.00 g 试料，精确至 0.000 01 g；称取与试料中含金质量相近的纯金标样(3.5)4 份，精确至 0.000 01 g。每份试料及纯金标样加 1.25 g 或 2.5 g 纯银(3.2)，用两张铅箔(3.1)包成球型。

6.2 测定次数

独立地进行三次测定，取其平均值。

6.3 灰吹

灰皿(4.5)在 950℃ 左右预热 20 min，将已包好的试料(6.1)和标样(6.1)按顺序交叉放入排列好的

灰皿中,待熔铅脱膜后稍开炉门通风,在 920℃±20℃进行灰吹,视出现光辉点之后关闭炉门切断电源,在炉温降至 750℃以下时取出灰皿冷却。

6.4 退火与碾片

6.4.1 用镊子将金银合金颗粒从灰皿中取出。用锤子敲打颗粒两侧,刷去附着物后,在 650℃~700℃退火 5 min。取出冷却碾成 0.2 mm 薄片,在 650℃~700℃退火 3 min。

6.4.2 将退火后的金银片卷成圆筒状,放入分金篮内。

6.5 分金

6.5.1 第一次分金:将分金篮放入预热至 90℃~95℃的硝酸(3.3)中,加热 30 min,取出分金篮,用热水洗涤 3 次。

6.5.2 第二次分金:将水洗后的分金篮放入预热至 110℃的硝酸(3.4)中,加热 40 min,取出分金篮,用热水洗涤 3 次。

6.5.3 当试料量为 1.00 g 时,进行第三次分金:操作同第二次分金,分金 30 min,用热水洗涤 5 次~7 次。

6.5.4 灼烧:金卷干燥后于 650℃~700℃灼烧 3 min,冷却至室温,称重。

7 分析结果的计算

试料金含量以金的质量分数 $w(\text{Au})$ 计,数值以 % 表示,按下列步骤计算:

7.1 计算标样金卷分金后增量:

$$\Delta m = m_3 - m_4 \cdot D \dots\dots\dots(1)$$

式中:

Δm ——标样金卷分金后增量,单位为克(g);

m_3 ——测得标样金卷质量,单位为克(g);

m_4 ——称取标样质量,单位为克(g);

D ——标样金的质量分数,数值以 % 表示。

7.2 当标样称取量为 0.50 g 或 1.00 g,若标样金卷分金后增量极差值分别不大于 0.000 10 g 或 0.000 15 g 时,计算四份标样金卷分金后增量平均值 $\overline{\Delta m}$;否则应重新进行测定。

7.3 按式(2)计算试料金的质量分数 $w(\text{Au})$,数值以 % 表示:

$$w(\text{Au}) = \frac{m_1 - \overline{\Delta m}}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$\overline{\Delta m}$ ——标样金卷分金后增量平均值,单位为克(g);

m_1 ——测得试料金卷质量,单位为克(g);

m_2 ——称取试料质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后三位。

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绝对差值不大于重复性限(r),以大于重复性限(r)的情况不超过 5% 为前提,重复性限(r)值为 0.015%。

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),以大于再现性限(R)的情况不超过 5% 为前提,再现性限(R)值为 0.020%。

注:重复性限(r)为 2.8 S_r , S_r 为重复性标准差;再现性限(R)为 2.8 S_R , S_R 为再现性标准差。

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
金化学分析方法
金量的测定 火试金法
GB/T 11066.1—2008

*

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 0.5 字数 7 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-32548 定价 10.00 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 11066.1-2008