



中华人民共和国国家标准

GB/T 5120.1~5120.4—1995

粗铜化学分析方法

Methods for chemical analysis of blister copper

1995-10-17 发布

1996-03-01 实施

国家技术监督局 发布

目 录

GB/T 5120.1—1995	粗铜化学分析方法	铜量的测定	(1)
GB/T 5120.2—1995	粗铜化学分析方法	砷量的测定	(4)
GB/T 5120.3—1995	粗铜化学分析方法	金和银量的测定	(10)
GB/T 5120.4—1995	粗铜化学分析方法	铅、铋、锑量的测定	(15)

中华人民共和国国家标准

粗铜化学分析方法 铜量的测定

GB/T 5120.1—1995

Methods for chemical analysis of blister copper
—Determination of copper content

代替 GB 5120.1—85

1 主题内容与适用范围

本标准规定了粗铜中铜含量的测定方法。

本标准适用于粗铜中铜含量的测定。测定范围：97.50%~99.70%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法提要

试料用硝酸溶解，三价砷和锑用溴氧化，控制溶液的pH值为3~4，用氟化氢铵掩蔽铁。加入碘化钾与二价铜作用，析出的碘以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

4 试剂

4.1 碘化钾。

4.2 氟化氢铵饱和溶液：贮存于聚乙烯瓶中。

4.3 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

4.4 冰乙酸(ρ 1.05 g/mL)。

4.5 硝酸(1+2)。

4.6 溴饱和溶液。

4.7 硫氰酸钾溶液(200 g/L)。

4.8 淀粉溶液(5 g/L)。

4.9 硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 0.1 \text{ mol/L}$]。

4.9.1 配制：称取 250 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)，置于 1 000 mL 烧杯中溶解。加 2 g 无水碳酸钠，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 1 mL 三氯甲烷，充分摇动，静置两周。使用时过滤，补加 1 mL 三氯甲烷，混匀，静置 2 h。

4.9.2 标定：称取 3 g(精确至 0.000 1 g)处理过的电铜片($\geq 99.95\%$)三份。以下按 6.2.1~6.2.4 条与测定试料测定同时进行。

注：电铜片的处理。将电铜片放入微沸的冰乙酸(1+4)中微沸 1 min，取出后用水和无水乙醇分别冲洗两次。在 100℃烘箱中烘 4 min，冷却，置于磨口试剂瓶中备用。

按公式(1)计算硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度：

$$c = \frac{m \cdot W \cdot r}{V_1 \times 0.06355} \dots\dots\dots (1)$$

式中：c——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

W——电铜片的铜含量，%；

r——电铜液分取比；

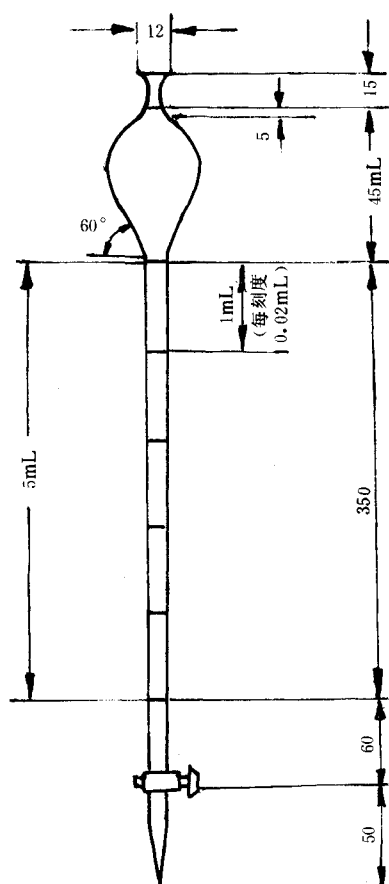
V₁——标定时滴定电铜液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

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

平行标定三份测定值的相对误差不大于 0.2% 时，取其平均值，否则重新标定。

5 仪器

滴定管(50 mL)，见下图。



滴定管示意图

6 分析步骤

6.1 试料

按筛分后的质量比称 3 g 试样，精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定，取其平均值。

6.2 测定

6.2.1 将试料(6.1)置于 500 mL 锥形烧杯中，缓慢加入 50 mL 硝酸，盖上表皿，待剧烈反应停止后，置于电热板上低温处，加热使其完全溶解。取下，用水洗涤表皿及杯壁，冷至室温。

6.2.2 将溶液移入 500 mL 容量瓶中(如有残渣,需过滤),用水洗涤烧杯,洗液并入容量瓶中,以水稀释至刻度。移取 50 mL 试液于 500 mL 锥形烧杯中。

6.2.3 加入 2 mL 溴饱和溶液置于电热板上低温处蒸至溶液体积约为 1 mL。取下,稍冷,30 mL 水吹洗杯壁,混匀。冷至室温。

6.2.4 用氨水中和至氢氧化铜沉淀生成,加入 3 mL 冰乙酸、1 mL 氟化氢铵饱和溶液,用水冲洗杯壁,混匀。加入约 4 g 碘化钾,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。当溶液呈淡黄色时,加入 5 mL 淀粉溶液继续滴定至溶液呈淡蓝色。加入 5 mL 硫氰酸钾溶液,摇动,待吸附的碘释出后,继续滴定至淡蓝色消失即为终点。

7 分析结果的表述

按公式(2)计算铜的百分含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{c \cdot V_2 \times 0.063\ 55}{m_0 \cdot r} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_2 ——测定时滴定试料溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

r ——试液分取比;

m_0 ——试料的质量, g;

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

所得结果表示至二位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
铜 含 量	允 许 差	
97.50~98.50	0.18	
>98.50~99.00	0.16	
>99.00~99.70	0.13	

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由大冶有色金属公司负责修订。

本标准由大冶有色金属公司修订。

本标准主要修订人汪立、王永彬。

中华人民共和国国家标准

粗铜化学分析方法 砷量的测定

GB/T 5120.2—1995

Methods for chemical analysis of blister copper
—Determination of arsenic content

代替 GB 5120.3—85

第一篇 方法1 氢化物发生-原子荧光光谱法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了粗铜中砷含量的测定方法。

本标准适用于粗铜中砷含量的测定。测定范围:0.02%~0.15%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 4470 火焰发射、原子吸收和原子荧光光谱分析术语

3 方法提要

试料用稀硝酸溶解。在盐酸介质中,用硫脲-抗坏血酸进行预还原,在氢化物发生器中,于原子荧光光谱仪上测量其荧光强度,按标准曲线法计算砷量。

4 试剂

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.2 硝酸(1+1)。

4.3 硫脲-抗坏血酸混合液:称取硫脲、抗坏血酸各 5.0 g,以水溶解后,稀释至 100 mL,混匀。

4.4 硼氢化钾溶液(10 g/L):称取 5.0 g 硼氢化钾,溶于氢氧化钠溶液(2 g/L)中,并用该氢氧化钠溶液稀释至 500 mL,混匀。用时现配。

4.5 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 基准三氧化二砷(预先在 100~105℃烘 1 h,置于干燥器冷至室温)于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),低温加热使其溶解,加 5 mL 水,2 滴酚酞乙醇溶液(1 g/L),用硫酸(1+1)中和至红色刚消失后再过量 2 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 砷。

4.6 砷标准溶液:移取 20.00 mL 砷标准贮存溶液于 50 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 4 μ g 砷。

5 仪器

原子荧光光谱仪,附屏蔽式石英炉原子化器、玻璃质氢化物发生器及砷特制空心阴极灯或高强度空

心阴极灯。

氩气：用作屏蔽气、载气。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

检出限：不大于 9×10^{-10} g/mL。

精密度：用 $0.1 \mu\text{g/mL}$ 的砷标准溶液测量荧光强度 10 次，其标准偏差应不超过平均荧光强度的 5.0%。

仪器工作条件见附录 A(参考件)。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.25 g 试样，精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定，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 250 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸，盖上表皿，加热使其完全溶解并蒸至溶液体积约 5 mL，取下，用水洗涤表皿及杯壁，冷至室温，移入 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

6.3.2 移取 5.00 mL 试液(6.3.1)于 100 mL 容量瓶中，加 40 mL 水、20 mL 盐酸、10 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液，以水稀释至刻度，混匀。

6.3.3 移取 2.00 mL 试液(6.3.2)于氢化物发生器中，按仪器操作程序，测量其荧光强度。减去随同试料的空白溶液的荧光强度，从工作曲线上查出相应的砷浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 砷标准溶液于一组 100 mL 容量瓶中，加 40 mL 水、20 mL 盐酸、10 mL 硫脲-抗坏血酸混合溶液，以水稀释至刻度，混匀。

6.4.2 在与试料测定相同条件下，测量标准溶液系列的荧光强度，减去“零”浓度溶液的荧光强度，以砷浓度为横坐标，相应的荧光强度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算砷的百分含量：

$$\text{As}(\%) = \frac{c V \times 10^{-6}}{m_0 r} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：c——从工作曲线上查得的砷浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

V——试液总体积，mL；

r——试液分取比；

m_0 ——试料的质量，g。

所得结果表示至二位小数，若含量小于 0.1% 时，表示至三位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

砷 含 量	允 许 差
0.020~0.050	0.007
>0.050~0.10	0.012
>0.10~0.15	0.02

第二篇 方法 2 溴酸钾滴定法

9 主题内容与适用范围

本标准规定了粗铜中砷含量的测定方法。

本标准适用于粗铜中砷含量的测定。测定范围： $>0.15\% \sim 1.00\%$ 。

10 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

11 方法提要

试料经酸分解,在 6 mol/L 盐酸介质中,以溴化钾为催化剂,用硫酸肼将五价砷还原为三价砷,用蒸馏法将三氯化砷与其他元素分离。三氯化砷经冷凝并用水吸收后,以甲基橙作指示剂用溴酸钾标准滴定溶液滴定至溶液红色消失为终点。

12 试剂

12.1 硫酸肼。

12.2 溴化钾。

12.3 盐酸($\rho 1.19$ g/mL)。

12.4 盐酸(1+1)。

12.5 硝酸(1+1)。

12.6 硫酸(1+1)。

12.7 砷标准溶液:称取 0.264 1 g 基准三氧化二砷(预先在 $100 \sim 105^\circ\text{C}$ 烘 1 h,置于干燥器中,冷至室温)于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 氢氧化钠溶液(10 g/L),低温加热溶解。取下,冷至室温。加入 100 mL 水,2 滴酚酞乙醇溶液(1 g/L),用盐酸(1+5)中和至红色消失并过量 2 滴。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.000 2 g 砷。

12.8 溴酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6\text{KBrO}_3) = 0.005$ mol/L]。

12.8.1 配制:称取 0.70 g 溴酸钾,置于 250 mL 烧杯中,加少量水加热溶解,稍冷,移入试剂瓶中,以水稀释至 5 000 mL,混匀。

12.8.2 标定:移取 20.00 mL 砷标准溶液三份,分别置于 300 mL 烧杯中,加 100 mL 水、盐酸(12.3),加热 $60 \sim 70^\circ\text{C}$,加入 2 滴甲基橙指示剂,用溴酸钾标准滴定溶液滴定至溶液红色消失为终点。

随同标定做空白试验。

按公式(2)计算溴酸钾标准滴定溶液实际浓度:

$$c = \frac{c_1 V_2}{(V_1 - V_0) \times 0.03746} \dots\dots\dots (2)$$

式中：c——溴酸钾标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

c_1 ——砷标准溶液的质量浓度，g/mL；

V_2 ——加入砷标准溶液的体积，mL；

V_1 ——标定时滴定砷标准溶液消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积，mL；

V_0 ——标定时滴定空白试液消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积，mL；

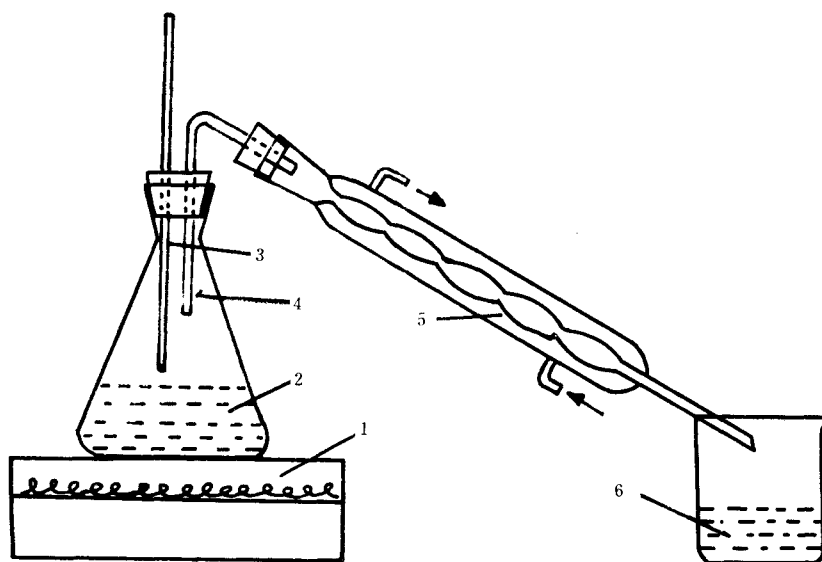
0.03746——与1.00 mL 溴酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6\text{KBrO}_3) = 1.00 \text{ mol/L}$] 相当的砷的质量，g。

平行标定三份测定值的相对误差不大于0.2%时，取其平均值，否则重新标定。

12.9 甲基橙指示剂(1 g/L)。

13 仪器

滴定用的装置，见下图。



滴定装置示意图

1—电炉(带调压器)；2—蒸馏瓶(250 mL)；3—水银温度计；
4—玻璃导管；5—冷凝器(球形)；6—吸收瓶(250 mL)

14 分析步骤

14.1 试料

根据试样的含砷量，称取0.5~1 g 试样，精确至0.0001 g。

独立地进行两次试验，取其平均值。

14.2 空白试验

随同试料做空白试验。

14.3 测定

14.3.1 将试料(6.1)置于250 mL 烧杯中，加入15 mL 硝酸，盖上表皿，置于电热板上低温加热至试料完全溶解，溶液蒸发至约10 mL。加入5 mL 硫酸，加热冒浓烟至溶液体积约1 mL，取下稍冷。加入10 mL 盐酸(12.4)，低温溶解盐类。取下，用水洗涤表皿及杯壁，冷至室温。

14.3.2 将试液移入预先盛有2 g 溴化钾，0.5 g 硫酸肼的250 mL 蒸馏瓶中，加入35 mL 盐酸(12.3)，

用水洗净烧杯,洗液并入蒸馏瓶中使溶液总体积约 80 mL。联接好蒸馏装置,加热蒸馏(严格控制蒸馏温度在 105~108℃)。馏出物用预先盛有 50 mL 水的 250 mL 吸收瓶承接。待蒸馏瓶中残留液的体积约为原体积的三分之一时,停止蒸馏,冷至室温。

14.3.3 取下蒸馏瓶,用 20~50 mL 水洗涤冷凝管内壁。洗液并入吸收瓶中,加热 60~70℃,加入 2 滴甲基橙指示剂,用溴酸钾标准滴定溶液滴定至红色消失为终点。

15 分析结果的表述

按公式(3)计算砷的百分含量:

$$\text{As}(\%) = \frac{c(V_3 - V_0) \times 0.03746}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: c ——溴酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_3 ——测定时滴定试料溶液时消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——测定时滴定空白试液时消耗溴酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g;

0.03746——与 1.00 mL 溴酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6\text{KBrO}_3) = 1.00 \text{ mol/L}$] 相当的砷的质量, g。

所得结果表示至二位小数。

16 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

砷 含 量	允 许 差
>0.15~0.30	0.03
>0.30~0.60	0.05
>0.60~1.00	0.08

附 录 A
仪器工作条件
(参考件)

使用 AFS-220 型双道原子荧光光谱仪及特制砷空心阴极灯,测定砷量的工作条件如表 A1:

表 A1

灯电流 mA	负高压 V	载气流量 L/min	屏蔽气流量 L/min	原子化温度 ℃	加液时间 s	延迟时间 s	采样时间 s
60	300	0.6	1.0	850	8	1	14

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由大冶有色金属公司负责修订。

本标准由大冶有色金属公司修订。

本标准主要修订人方法 1:胡军凯、袁功启;方法 2:陈先惠、王琳。

中华人民共和国国家标准

粗铜化学分析方法 金和银量的测定

GB/T 5120.3—1995

Methods for chemical analysis of blister copper
—Determination of gold and silver contents

代替 GB 5120.2—85

1 主题内容与适用范围

本标准规定了粗铜中金和银含量的测定方法。

本标准适用于粗铜中金和银含量的测定。测定范围：金 ≥ 0.5 g/t；银 ≥ 20 g/t。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法提要

试料用硫酸溶解，过滤除铜后得到的金银沉淀物经灰化、配料、熔融获得适量的铅扣。将铅扣灰吹后用重量法测定金和银量。补正方法采用加纯铜作基体和加纯金、纯银随同试料测定，按其回收率加以补正或灰皿、渣熔融法补正。

4 试剂

- 4.1 苏打：工业纯，粉状。
- 4.2 氧化铅：工业纯，粉状（含金 ≤ 0.05 $\mu\text{g/g}$ ；银 ≤ 5 $\mu\text{g/g}$ ）。
- 4.3 硼砂：粉状。
- 4.4 淀粉：工业纯，粉状。
- 4.5 二氧化硅：工业纯，粉状。
- 4.6 氯化钠：工业纯，粉状。
- 4.7 纯金：99.99%。
- 4.8 纯银：99.99%。
- 4.9 纯铜：99.95%。
- 4.10 硫酸（ $\rho 1.84$ g/mL）。
- 4.11 硝酸（1+1）。
- 4.12 硝酸（1+7）。
- 4.13 硫酸汞溶液（23 g/L）。
- 4.14 氯化钠溶液（10 g/L）。
- 4.15 冰乙酸（1+3）。

5 仪器和设备

5.1 天平

国家技术监督局1995-10-17批准

1996-03-01实施

- 5.1.1 超微量天平:感量 0.001 mg。
 5.1.2 微量天平:感量 0.01 mg。
 5.1.3 分析天平:感量 10 mg。
 5.1.4 上皿天平:感量 1 g。
 5.2 试金电炉。
 5.3 高温电炉盘。
 5.4 电热板。
 5.5 灰皿机。
 5.6 瓷坩埚:低型,30 mL。
 5.7 粘土坩埚:高 120 mm,上部外径 90 mm,下部外径 50 mm。
 5.8 烧杯:高型,800 mL。
 5.9 灰皿:高 30 mm,上部内径 35 mm,下部外径 40 mm。由一份马、牛或羊骨灰和三份 425 # 以上的硅酸盐水泥混匀,加入适量水,搅匀后在灰皿机上压制而成,阴干三个月备用。

6 分析步骤

6.1 试料

按筛分后的质量比合称 20 g 试样(金量低于 10 g/t 时,合称 40 g 试样),精确至 0.01 g。

独立地进行两次试验,取其平均值。

6.2 空白试验

6.2.1 采用 A 法(即“加纯金纯银补正法”)补正时所用氧化铅和纯铜的空白试验:分别称取纯铜屑三份,每份 20 g,精确至 0.01 g。以下按 6.3.1~6.3.5 条进行。

6.2.2 采用 B 法(即“灰皿和渣熔融补正法”)补正时所用氧化铅的空白试验:称取 25 g 苏打、120 g 氧化铅、10 g 硼砂、25 g 二氧化硅、3 g 淀粉于粘土坩埚中,搅拌后覆盖 10 mm 厚的氯化钠。以下按 6.3.3~6.3.5 条进行。

6.3 测定

6.3.1 湿法处理

6.3.1.1 将试料(6.1)置于烧杯中,根据表 1 所列的试料情况,按顺序分别加入相应的助溶剂和溶剂(每加一种试剂,均需混匀)。

表 1

试料情况		助溶剂加入量, mL		溶剂加入量, mL
		硝酸(4.12)	硫酸汞溶液	硫酸
Au ≥ 10 g/t	易溶	20	—	60~80
	难溶	—	10	60~80
Au < 10 g/t	易溶	30	—	130
	难溶	—	15	130

6.3.1.2 盖上表皿,在高温电炉盘上蒸至糊状,取下,冷至室温。加入 300 mL 水(金量小于 10 g/t 的试料,加 500 mL 水)和 20 mL 氯化钠溶液,加入少量滤纸浆,用水洗涤表皿和杯壁,煮沸约 5 min。取下摇动烧杯,用温水洗涤表皿和杯壁,稍冷后用中速定量滤纸过滤。

6.3.1.3 将沉淀物全部转移到滤纸上。用温水将沉淀物洗至无蓝色为止。将擦玻棒和杯壁的滤纸连同

载有沉淀的滤纸置于粘土坩埚内,放入试金炉中。从室温升至约 500℃ 进行灰化直至灰化完全为止。

6.3.2 配料

将盛有灰化物的粘土坩埚冷至室温,加入 20 g 苏打、60 g 氧化铅、7 g 硼砂、7 g 二氧化硅、3 g 淀粉。搅匀,覆盖 10 mm 厚的氯化钠。

6.3.3 熔融

将配好料的粘土坩埚置于 800℃ 的试金炉中,在 30~40 min 内升温至 1 100℃,保温 15 min(总计熔融时间为 45~55 min)出炉。将熔融物倒入已预热过且涂了油的铸铁模中。冷却后将铅扣捶成方型。将渣收入原粘土坩埚中备用。

6.3.4 灰吹

6.3.4.1 将铅扣置于已在 900℃ 的试金炉内预热 20 min 的灰皿中,关闭炉门。待铅液表面浮膜消失(脱壳)后稍开炉门,使炉温下降至 840~860℃ 进行灰吹。当合粒出现闪光后灰吹即告结束。将灰皿移至炉门口,稍冷后放入灰皿盘中。

6.3.4.2 用小镊子将试金合粒从灰皿中挟出,置于瓷坩埚中加入 10~15 mL 冰乙酸,在电热板上煮沸 3~5 mL 时取下,用温水洗涤三次,弃去洗液。将保留于瓷坩埚中的金银合粒,置于高温电炉上烤干,取下,冷至室温并称量(精确至 0.01 mg)。

6.3.5 分金

将称量后的金银合粒置于小钢砧上捶成薄片,放入瓷坩埚中,加入 5~7 mL 热硝酸(4.12),置于低温电热板上温热分金。当蒸至 1~2 mL 时,再加入 5~7 mL 热硝酸(4.11)。蒸至约 2 mL,取下,冷却,用热水洗涤三次。将盛有金粒的瓷坩埚置于高温电炉盘上烘干并灼烧 5 min,取下,冷至室温,称量(精确至 0.001 mg)。

6.3.6 补正

6.3.6.1 补正方法

A 法:称取与试料量相同的纯铜,加入与试料中所含同等量的纯金、纯银。以下按 6.3.1~6.3.5 条进行。计算纯金、纯银的回收率加以补正。

B 法:将保留的灰皿和渣粉碎后,置于原粘土坩埚中,加入 20 g 苏打、30 g 氧化铅、20 g 硼砂、10 g 二氧化硅、4 g 淀粉,搅匀,覆盖 10 mm 厚的氯化钠。以下按 6.3.3~6.3.5 条进行。

6.3.6.2 补正范围

未补正时,测得的金量大于等于 3.0 g/t 或银量大于等于 50 g/t 时,开始补正。若测得的金量大于等于 50 g/t 或银量大于等于 1 000 g/t 时,采用 B 法需补正两次。

7 分析结果的表述

7.1 采用 A 法补正时,按(1)、(2)式分别计算金、银的含量:

$$\text{Au(g/t)} = \frac{m_1 - m_2}{k_1 \cdot m_0} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{Ag(g/t)} = \frac{m_4 - m_1 - m_3}{k_2 \cdot m_0} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——未补正时测得的金量,mg;

m_2 ——未补正时配料所用氧化铅中金的空白量,mg;

m_3 ——未补正时配料所用氧化铅中银的空白量,mg;

m_4 ——未补正时测得的金银合粒量,mg;

m_0 ——试料的质量,g;

k_1 ——金的回收率, %;

k_2 ——银的回收率, %。

k_1 、 k_2 分别按(3)、(4)式计算:

$$k_1(\%) = \frac{m_7 - m_5}{m_8} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

$$k_2(\%) = \frac{m_9 - m_7 - m_6}{m_{10}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_5 ——回收率试验时配料所用氧化铅和纯铜中金的空白量, mg;

m_6 ——回收率试验时配料所用氧化铅和纯铜中银的空白量, mg;

m_7 ——回收率试验时测得的金量, mg;

m_8 ——回收率试验时加入的金量, mg;

m_9 ——回收率试验时测得的金银合粒量, mg;

m_{10} ——回收率试验时加入的银量, mg。

7.2 采用 B 法补正时, 按(5)、(6)式分别计算金、银的含量:

$$\text{Au(g/t)} = \frac{m_1 + m_{11} + m_{12} - m_{13}}{m_0} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots(5)$$

$$\text{Ag(g/t)} = \frac{(m_4 - m_1) + (m_{15} - m_{11}) + (m_{16} - m_{12}) - m_{14}}{m_0} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中: m_1 ——未补正时测得的金量, mg;

m_{11} ——第一次补正时测得的金量, mg;

m_{12} ——第二次补正时测得的金量, mg;

m_{13} ——未补正和补正时配料所用氧化铅总量中金的空白量, mg;

m_4 ——未补正时测得的金银合粒量, mg;

m_{15} ——第一次补正时测得的金银合粒量, mg;

m_{16} ——第二次补正时测得的金银合粒量, mg;

m_{14} ——未补正和补正时配料所用氧化铅总量中银的空白量, mg;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果金量表示至一位小数; 银量表示至整数位。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

g/t

金 含 量	允 许 差	银 含 量	允 许 差
0.5~1.2	0.3	20~50	8
>1.2~5.0	0.7	>50~100	12