



中华人民共和国国家标准

GB/T 15249.1~15249.5—94

合质金化学分析方法

Methods for chemical analysis of crude gold

1994-10-07 发布

1995-08-01 实施

国家技术监督局 发布

目 录

GB/T 15249.1—94	合质金化学分析方法	火试金重量法测定金量	(1)
GB/T 15249.2—94	合质金化学分析方法	EDTA 滴定法测定银量	(5)
GB/T 15249.3—94	合质金化学分析方法	碘量法测定铜量	(8)
GB/T 15249.4—94	合质金化学分析方法	EDTA 滴定法测定铅量	(11)
GB/T 15249.5—94	合质金化学分析方法	冷原子吸收光谱法测定汞量	(14)

中华人民共和国国家标准

合质金化学分析方法 火试金重量法测定金量

GB/T 15249.1—94

Crude Gold—Determination of gold content
—Fire assay gravimetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了合质金中金含量的仲裁分析方法。

本标准适用于合质金(矿金、冶炼粗金产品和回收金等)中金含量的测定。测定范围:30%~99.9%。

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 术语

3.1 灰吹

高于金属氧化物熔点的氧化熔炼过程。

3.2 分金

将灰吹后的金银合粒,用硝酸把其中的银溶解掉,金被分离出来。

3.3 纯金标样

经中国人民银行批准使用的纯金标样是加工成片状的电解精炼纯金,金含量为99.95%~99.99%,其杂质元素的含量采用国标化学分析方法确定,或采用准确度、精密度与国标相近的化学分析方法确定。然后使用杂质减量法确定金含量。纯金标样的分析和定值由中国人民银行印制总公司委托中国金银冶炼厂负责,由5个协作单位共同完成。

4 方法原理

称取一定重量的被测试的合质金试料,向试料中定量加入银,包于铅箔中在高温熔融状态下进行灰吹,铅及贱金属被氧化与金银分离,金银合粒以硝酸分金后称重,用随同测定的纯金标样校正后计算金量。

5 试剂和材料

5.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

5.2 硝酸(1+1),优级纯。

5.3 硝酸(2+1),优级纯。

5.4 铅箔:纯铅(99.99%),加工成边长约51 mm,厚度约0.1 mm的正方形薄片。

5.5 纯银(99.99%)。

国家技术监督局1994-10-07批准

1995-08-01实施

5.6 纯金标样:金含量为 99.95%~99.99%的片状电解精炼纯金。

6 仪器、器皿

6.1 箱式高温电炉(附温度控制装置)。

6.2 微量分析天平:最大称量 20 g,感量 0.01 mg。

6.3 碾片机:小型,压延厚度可达 0.1 mm。

6.4 灰皿

6.4.1 骨灰皿:用动物骨灰制成,牛羊骨灰最佳。将动物骨骼烧成骨灰后碾成粒度 0.175 mm 以下的骨灰粉,加 10%~15%的水在灰皿机上压制成灰皿,自然干燥后使用。骨灰皿尺寸:直径 30 mm,高度 23 mm,内径 26 mm,凹面深度 10 mm。

6.4.2 氧化镁灰皿:用煅烧镁砂粉(粒度 0.147 mm)与 525 号硅酸盐水泥按 85:15 混合加入少量水压制成型,风干一月后使用。氧化镁灰皿尺寸:直径 40 mm,高度 25 mm,内径 30 mm,凹面深度 15 mm。

6.5 分金篮:用厚度为 0.5 mm~1.0 mm 不锈钢片或铂片制成。

7 分析步骤

7.1 金、银含量的预测定

7.1.1 称取试料 0.5 g 两份,精确到 0.00001 g,其中一份包铝箔,另一份根据估计的含金量加 2~2.5 倍的纯银,然后包铝箔。将两份样品于 $920 \pm 10^\circ\text{C}$ (骨灰皿)或 $960 \pm 10^\circ\text{C}$ (氧化镁灰皿)在高温电炉内同时灰吹。

7.1.2 由未加纯银的样品灰吹后的金银合粒重量计算出样品的金银含量预测值。

7.1.3 将加纯银的样品灰吹后的金银合粒用手锤轻敲两侧,使合粒呈扁圆形,刷去底部附着物,在高温电炉内于 800°C 左右退火 5 min。取出冷却后碾成厚度为 0.15 ± 0.02 mm 的薄片,在高温电炉内于 750°C 退火 3 min,取出冷却后卷成空心卷。

7.1.4 将合金卷放入已加热至 90°C 的硝酸(5.2)中分金 30 min,将硝酸溶液倾泻,再加入经预热的硝酸(5.3),继续加热分金 30 min。

7.1.5 倒去硝酸溶液,用热水洗 5 次,将卷金(或已成碎金)移入瓷坩埚中,烘干后在高温电炉内于 800°C 灼烧 5 min,取出冷却后称量,计算样品的金含量预测值。

7.1.6 根据样品的金银含量(7.1.2)和金含量预测值(7.1.5)计算样品的银含量预测值。

7.2 试料

7.2.1 待测试料

7.2.1.1 根据金、银含量预测值按表 1 称取试料两份分别放入铝箔中,精确到 0.000 01 g。

7.2.1.2 每份试料均准确配入纯银,使其金银比例为 1 比 2.5,按表 1 给出的数字配入铝箔包成球形。

7.2.2 标准试料

按表 1 给出的试料含金量称取纯金标样 4 份,精确到 0.000 01 g,以下操作同 7.2.1.2 条。取 4 份标准试料测定结果的平均值作为测得标准试料金卷质量。

7.3 测定方法、步骤

7.3.1 灰吹

7.3.1.1 将灰皿在高温电炉内于 950°C 左右预热 20 min,然后将待测试料(7.2.1)与标准试料(7.2.2)以合理顺序放入灰皿中,使每个待测试料都能靠近标准试料,关闭炉门。

7.3.1.2 待试料全部熔化后,稍开炉门通风,在 $920 \pm 10^\circ\text{C}$ (骨灰皿)或 $960 \pm 10^\circ\text{C}$ (氧化镁灰皿)进行灰吹。当熔珠表面出现彩色薄膜时,关闭炉门。保持温度 2 min 后关闭电源,当炉温降至 750°C 时取出灰皿冷却。

7.3.2 退火与碾片

7.3.2.1 用镊子将金银合粒从灰皿中取出,用手锤轻敲合粒两侧,使之呈扁圆形,刷去底部附着物,用手锤砸合粒表面至厚度约为 2 mm,放入瓷舟中,在 800℃退火 5 min。

7.3.2.2 将瓷舟取出冷却,将金银合粒碾成厚度为 0.15 ± 0.02 mm 的薄片,于 750℃退火 3 min。

7.3.2.3 将退火后的金银合金薄片取出冷却后卷成空心卷,依次放入分金篮中。

7.3.3 分金

7.3.3.1 第一次分金:将分金篮(7.3.2.3)放入预热至 90~95℃的硝酸(5.2)中分金,分金时间按表 1。取出分金篮,用热水洗涤三次。

7.3.3.2 第二次分金:将水洗后的分金篮放入预热至 110℃的硝酸(5.3)中分金,分金时间按表 1。取出分金篮,用热水洗涤 5~7 次。

7.3.4 灼烧与称量

将金卷从分金篮中取出,依次放入瓷坩锅中在电热板上干燥,然后在高温电炉内于 800℃灼烧 5 min,取出冷却后在微量分析天平上依次称出卷金的质量。

表 1

合质金的金含量, %	试料含金量, g	铅箔量, g	分金次序	分金时间, min
30.0~45.0	0.30	13	1	20
			2	25
45.0~55.0	0.40	13	1	25
			2	30
55.0~99.9	0.50	9~13	1	30
			2	40

8 分析结果的计算与表述

金的百分含量按下式计算:

$$\text{Au}(\%) = \frac{m_1 - (m_3 - m_4 \cdot D)}{m_2} \times 100$$

式中: m_1 ——测得试料金卷质量, g;

m_2 ——试料的质量, g;

m_3 ——测得标准试料金卷质量, g;

m_4 ——标准试料质量, g;

D ——纯金标样金的百分含量。

9 允许差

实验室之间的分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

金 含 量	允 许 差
30.00~50.00	0.05
>50.00~80.00	0.04
>80.00~99.00	0.03
>99.00~99.90	0.02

附 录 A
纯金标准样品和合质金标准样品
(补充件)

- A1** 火试金分析使用中国金银冶炼厂制作的纯金标样,编号:92001。
A2 火试金仲裁分析使用中国金银冶炼厂制作的合质金标样,编号:92002、92003、92004、92005。
-

附加说明:

本标准由中国人民银行印制总公司和国家黄金管理局共同提出。

本标准由中国金银冶炼厂、长春黄金研究所负责起草。

本标准主要起草人王自森、邢桂珍、徐存生、姚继扬。

中华人民共和国国家标准

合质金化学分析方法 EDTA 滴定法测定银量

GB/T 15249.2—94

Crude Gold—Determination of silver Content
—EDTA titrimetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了合质金中银含量的测定方法。

本标准适用于合质金(矿金、冶炼粗金产品和回收金等)中银含量的测定。测定范围:0.5%~40%。

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 方法原理

称取一定重量的被测试的合质金试料,用硝酸、盐酸溶解后稀释,过滤,用氨水溶解氯化银沉淀,在氨性溶液中加入镍氰化钾;镍被银定量取代,以紫脲酸铵为指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定镍,从而计算银含量。

4 试剂和材料

4.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

4.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

4.3 氨水(1+1)。

4.4 紫脲酸铵指示剂:称取 0.3 g 紫脲酸铵与 25 g 氯化钠,研磨混合均匀。

4.5 镍氰化钾溶液(60 g/L):称取 15 g 镍氰化钾[$\text{KNi}(\text{CN})_3$],用 200 mL 热水溶解,冷却后稀释至 250 mL(用时配制)。

4.6 EDTA(乙二胺四乙酸二钠)标准滴定溶液[$c(\text{EDTA}) \approx 0.030 \text{ mol/L}$]:称取 11.2 g EDTA($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),用热水溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中稀释至刻度。

4.7 纯银,99.99%。

4.8 纯金,99.99%。

5 分析步骤

5.1 试料

5.1.1 待测试料

按表 1 称取试料,精确至 0.000 1 g。

国家技术监督局 1994-10-07 批准

1995-08-01 实施

表 1

银 含 量, %	试 料, g
0.50~2.00	4.000 0
>2.00~5.00	1.000 0
>5.00~15.00	0.300 0
>15.00~40.00	0.200 0

5.1.2 标准试料

根据试样的化学成分,用纯金(4.8)及纯银(4.7)配制两个标准试料。

5.2 测定

5.2.1 将试料(5.1)分别置于 400 mL 烧杯中,加 20 mL 水,5 mL 硝酸(4.1),盖上表皿,低温加热溶解 30 min。

5.2.2 加入 20 mL 盐酸(4.2),低温加热使样品完全溶解,并生成氯化银沉淀,取下,洗涤表皿及杯壁,冷至室温后稀释至 200 mL,在电热板上低温加热至溶液清亮,使氯化银凝聚,取下稍冷。

5.2.3 洗涤表皿及杯壁,用 $\phi 9$ cm 的中速定量滤纸过滤,氯化银沉淀用温水冲洗 2~3 次并移入漏斗中,洗涤烧杯 3 次,洗涤沉淀 6~8 次至滤纸无色。

5.2.4 将滤纸展开同氯化银沉淀一起放回原烧杯中,在不断摇动下滴加 15 mL 氨水(4.3),至氯化银完全溶解。

5.2.5 将溶液(5.2.4)稀释至 100 mL 左右,加入 5 mL 镍氰化钾溶液(4.5)、50~100 mg 紫脲酸铵指示剂(4.4),立即用 EDTA 标准滴定溶液(4.6)滴定至溶液由黄色经红色变到紫色为终点。

6 分析结果的计算与表述

银的百分含量按下式计算:

$$\text{Ag}(\%) = \frac{V_2 \cdot m_1}{V_1 \cdot m_2} \times 100$$

式中: V_1 ——滴定标准试料消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积, mL;

V_2 ——滴定试料消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积, mL;

m_1 ——标准试料中的纯银质量, g;

m_2 ——试料的质量, g。

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

%

银 含 量	允 许 差
0.50~2.00	0.04
>2.00~5.00	0.10
>5.00~20.00	0.20
>20.00~40.00	0.25

附加说明：

本标准由中国人民银行印制总公司、国家黄金管理局共同提出。

本标准由中国金银冶炼厂、长春黄金研究所负责起草。

本标准主要起草人王自森、林乐琴、鲍珠玲。

中华人民共和国国家标准

合质金化学分析方法 碘量法测定铜量

GB/T 15249.3—94

Crude Gold—Determination of copper content
—Iodometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了合质金中铜含量的测定方法。

本标准适用于合质金(矿金、冶炼粗金产品和回收金等)中铜含量的测定。测定范围:0.5%~30%。

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 方法原理

称取一定重量的被测试的合质金试料,用稀硝酸、盐酸分解,以氯化银沉淀分离银,以亚硫酸还原金离子成单体金,分离金、银后,加入硫酸冒三氧化硫烟,以驱除氮的氧化物,用稀氨水调节酸度,氟化氢铵掩蔽铁,在 pH3.0~4.0 的微酸性溶液中,铜(Ⅱ)与碘化钾作用游离出碘,再以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定。

4 试剂

4.1 碘化钾。

4.2 氟化氢铵。

4.3 硫氰酸钾。

4.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.6 硝酸(1+1)。

4.7 硫酸(1+1)。

4.8 亚硫酸(ρ 1.03 g/mL)。

4.9 氨水(1+1)。

4.10 淀粉溶液(5 g/L)。

4.11 铜标准溶液:称取 1.000 0 g 铜(99.99%)置于 300 mL 烧杯中,缓缓加入 40 mL 硝酸(4.6),盖上表皿,加热至完全溶解,取下,用水洗涤表皿及杯壁,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液含铜 1 mg/mL。

4.12 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.016 \text{ mol/L}$]。

4.12.1 配制:称取 4 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)置于 300 mL 烧杯中,加入煮沸过的冷蒸馏水溶

国家技术监督局 1994-10-01 批准

1995-08-01 实施

解,加入 0.1 g 碳酸钠,溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水定容。于暗处放置一周后标定。

4.12.2 标定:移取三份 25.00 mL 铜标准溶液分别置于 250 mL 烧杯中,加 5 mL 硫酸(4.7)蒸发至冒三氧化硫浓白烟,取下,冷却,用水吹洗杯壁,蒸发至冒尽三氧化硫烟,冷却后加 6 滴硫酸(4.7),吹洗杯壁,加水至约 30 mL,加热至盐类完全溶解,冷至室温。以下按 5.2.8 款操作。

4.12.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度按下式计算:

$$c = \frac{m}{V \times 0.063\ 54}$$

式中: c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——被标定溶液中所含的铜的质量, g;

V ——滴定铜标准溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

0.063 54——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000\text{ mol/L}$] 相当的铜的质量, g。

平行标定所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的极差值应不超过 0.10 mL, 取其平均值。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取粉末状试料, 精确至 0.0001 g。

表 1

铜含量, %	试料, g	试液总体积, mL	分取试液体积, mL
0.500~3.50	1.000 0	—	全量
>3.50~7.00	0.500 0	—	全量
>7.00~15.00	0.500 0	50	20
>15.00~30.00	0.500 0	100	20

5.2 测定

5.2.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中, 加入 20 mL 水, 5 mL 硝酸(4.5), 盖上表皿, 低温加热约微沸 30 min 后, 取下, 稍冷, 缓慢加入 20 mL 盐酸(4.4), 低温加热使试样完全溶解。

5.2.2 蒸发至近干, 取下稍冷, 用水吹洗表皿及杯壁, 加水至体积约 100 mL, 摇匀, 加热煮沸使可溶性盐类溶解, 取下。

5.2.3 用少量水吹洗表皿及杯壁, 在不断搅拌下, 缓缓加入 15 mL 亚硫酸(4.8)在热处静置 30 min。

5.2.4 洗净表皿, 沉淀用中速定量滤纸以倾析法过滤, 用热水洗涤 4 次, 然后将沉淀转移至滤纸上, 用热水洗涤滤纸及沉淀 6 次, 再用滴管以硝酸(4.6)洗涤 3 次[共用硝酸(4.6)的量约为 2 mL], 用热水洗涤 3 次。

5.2.5 滤液摇匀, 蒸发至溶液体积约 40 mL 时, 加 5 mL 硫酸(4.7), 摇匀, 蒸发至冒浓三氧化硫烟, 取下, 冷却, 用水吹洗杯壁蒸发至冒尽三氧化硫烟, 取下, 冷却。

5.2.6 滴加 14 滴(取全量时, 加 6 滴)硫酸(4.7)吹洗杯壁至溶液体积约 30 mL, 盖上表皿, 加热煮沸至盐类完全溶解, 冷至室温, 按表 1 移入容量瓶中(或全量滴定)用水稀释至刻度, 混匀。

5.2.7 按表 1 移取溶液(5.2.6)于 250 mL 烧杯中, 加 10 mL 水。

5.2.8 用氨水(4.9)调至蓝色铜氨络离子呈现, 加入氟化氢铵约 0.5 g, 摇匀, 加入碘化钾 3 g, 立即用硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色, 加入 5 mL 淀粉溶液(4.10), 继续滴定至淡蓝色, 加入 0.5~1 g 硫氰酸钾(铜含量低于 1% 不加硫氰酸钾)激烈摇振至蓝色加深, 再滴定至蓝色恰好消失即为终点(干扰元素

多时滴定溶液终点为黄色)。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算铜的百分含量：

$$\text{Cu}(\%) = \frac{c \cdot V_1 \cdot V_3 \times 0.06354}{m_1 \cdot V_2} \times 100$$

式中：c——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_1 ——试液总体积，mL；

V_2 ——分取试液体积，mL；

V_3 ——滴定试液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

m_1 ——试料的质量，g；

0.063 54——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的铜的质量，g。

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

%

铜 含 量	允 许 差
0.50~2.50	0.15
>2.50~10.00	0.20
>10.00~20.00	0.25
>20.00~30.00	0.30

附加说明：

本标准由中国人民银行印制总公司、国家黄金管理局共同提出。

本标准由中国金银冶炼厂、长春黄金研究所负责起草。

本标准由北京矿冶研究总院起草。

本标准主要起草人周以华。

多时滴定溶液终点为黄色)。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算铜的百分含量：

$$\text{Cu}(\%) = \frac{c \cdot V_1 \cdot V_3 \times 0.06354}{m_1 \cdot V_2} \times 100$$

式中：c——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_1 ——试液总体积，mL；

V_2 ——分取试液体积，mL；

V_3 ——滴定试液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

m_1 ——试料的质量，g；

0.063 54——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的铜的质量，g。

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

%

铜 含 量	允 许 差
0.50~2.50	0.15
>2.50~10.00	0.20
>10.00~20.00	0.25
>20.00~30.00	0.30

附加说明：

本标准由中国人民银行印制总公司、国家黄金管理局共同提出。

本标准由中国金银冶炼厂、长春黄金研究所负责起草。

本标准由北京矿冶研究总院起草。

本标准主要起草人周以华。

4.12.1 配制:称取 18 g 乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)于 400 mL 烧杯中,加水 200 mL,加热溶解后稀释至 5 L,混匀。

4.12.2 标定:移取三份 20.00 mL 铅标准溶液分别置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硫酸(4.4),低温加热至冒浓三氧化硫烟,取下冷却,用水洗杯壁,再低温加热至浓烟消失,取下冷却。以下同分析步骤按 5.2.4~5.2.6 条。

平行标定所消耗 EDTA 标准滴定溶液体积的极差值应不超过 0.10 mL,取其平均值。

按下式计算 EDTA 标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{m}{V \times 0.2072}$$

式中: c ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——被标定溶液中铅的质量, g;

V ——滴定铅标准溶液消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

0.2072——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的铅的质量, g。

5 分析步骤

5.1 试料准备

按表 1 称取粉末状试料,精确至 0.000 1 g。

表 1

铅含量, %	试料, g
1.00~5.00	1.000 0
>5.00~15.00	0.500 0

5.2 测定

5.2.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,5 mL 硝酸(4.3),盖上表皿,低温微沸 30 min,取下稍冷,加入 20 mL 盐酸(4.1),低温分解样品至溶解完全,打开表皿,低温蒸至近干,加入 5 mL 盐酸(4.1),低温蒸至近干,驱除氮的氧化物。取下稍冷,用水洗涤表皿与烧杯,加入 5 mL 盐酸(4.1),将体积稀释至 100 mL 左右,加热煮沸数分钟,取下,趁热缓慢边搅拌边加入 20 mL 亚硫酸(4.7)还原金,煮沸并保温 30 min。

5.2.2 取下,用热盐酸(4.2)洗涤表皿,用中速定量滤纸趁热过滤,滤液滤入 250 mL 烧杯中,用热盐酸(4.2)在烧杯中洗涤单体金与氯化银混合沉淀 3 次,将沉淀用热盐酸(4.2)移至滤纸上,洗涤烧杯 3 次,用热盐酸(4.2)洗涤沉淀,直至滤液体积为 200 mL 左右。

5.2.3 用玻棒搅匀滤液,将滤液蒸至 20 mL 左右,加入 10 mL 硫酸(4.4),继续加热至冒三氧化硫浓烟,取下冷却,用水洗杯壁,加热至浓烟消失,取下冷却。

5.2.4 用 50 mL 硫酸(4.5)洗涤烧杯,盖上表皿,微沸 10 min,取下冷却,加入 10 mL 乙醇(4.8),放置 1 h。

5.2.5 用慢速定量滤纸以倾析法过滤,用硫酸(4.6)洗涤硫酸铅沉淀 3 次后,将沉淀移至滤纸上,再洗涤烧杯 3 次,分次洗涤滤纸和沉淀,直至滤液体积为 200 mL 左右,再用水洗烧杯与滤纸和沉淀各 2 次。

5.2.6 展开滤纸,用水将沉淀洗入原烧杯中,加入 30 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(4.9),将滤纸撕碎放入烧杯中,微沸 10 min,取下冷却,加水至 100 mL 左右,加入 2 滴二甲酚橙指示剂溶液(4.10),用 EDTA 标准滴定溶液(4.12)滴定至溶液由紫红色变为亮黄色为终点。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算铅的百分含量：

$$\text{Pb}(\%) = \frac{c \cdot V_1 \times 0.2072}{m_1} \times 100$$

式中：c——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_1 ——滴定试液消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积，mL；

m_1 ——试料的质量，g；

0.2072——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的铅的质量，g。

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

%

铅 含 量	允 许 差
1.00~5.00	0.15
>5.00~10.00	0.20
>10.00~15.00	0.30

附加说明：

本标准由中国人民银行印制总公司、国家黄金管理局共同提出。

本标准由中国金银冶炼厂、长春黄金研究所负责起草。

本标准由北京矿冶研究总院起草。

本标准主要起草人刘烽。

中华人民共和国国家标准

合质金化学分析方法 冷原子吸收光谱法测定汞量

GB/T 15249.5—94

Crude Gold—Determination of mercury content
—Cold atomic absorption spectrometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了合质金中汞含量的测定方法。

本标准适用于合质金中汞含量的测定。测定范围：0.005%~0.05%。

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 方法原理

称取一定重量的被测试的合质金试料，用稀硝酸、盐酸分解。滤除氯化银沉淀以分离银，用硫氰酸钾掩蔽金，在强碱性介质中以二氯化锡还原化合汞为原子汞，于波长 253.7 nm 处进行汞的冷原子吸收光谱测定。

4 试剂

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。

4.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。

4.3 重铬酸钾溶液(10 g/L)。

4.4 硫氰酸钾溶液(100 g/L)。

4.5 乙酸锌溶液(50 g/L)。

4.6 二氯化锡溶液[100 g/L, 10%(V/V)盐酸介质]。

4.7 氢氧化钠溶液(100 g/L)。

4.8 汞吸收液(10 g/L KMnO_4 -1.8 mol/L H_2SO_4)。

4.9 汞标准贮存溶液：称取 0.1354 g 二氯化汞溶于少量水中，加入 50 mL 硝酸(4.2)、10 mL 重铬酸钾溶液(4.3)，用水定容 1 000 mL。此溶液含汞 100 $\mu\text{g/mL}$ (溶液在五个月内使用)。

4.10 汞标准溶液

4.10.1 移取 10.00 mL 汞标准贮存溶液(4.9)于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸(4.2)、1 mL 重铬酸钾溶液(4.3)，用水定容。此溶液含汞 10 $\mu\text{g/mL}$ (溶液在两个月内使用)。

4.10.2 移取 1.00 mL 汞标准溶液(4.10.1)于 100 mL 容量瓶中，加入 1 mL 重铬酸钾溶液(4.3)，用水定容。此溶液含汞 0.1 $\mu\text{g/mL}$ (溶液当日配制)。

国家技术监督局 1994-10-07 批准

1995-08-01 实施

5 仪器

冷原子吸收测汞仪。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取粉末状合质金试料,精确至 0.000 1 g。

表 1

汞含量, %	试料量, g	稀释体积, mL	分取试液体积, mL
0.005~0.01	0.200	100	20.00
>0.01~0.02	0.200	100	10.00
>0.02~0.05	0.200	100	4.00

6.2 空白试验

随同试料做空白试验,并取三份空白试验之平均值。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 水、3 mL 硝酸(4.2),微沸溶解 5 min,加入 10 mL 盐酸(4.1)溶解并在低温处蒸至近干,加入 5 mL 盐酸(4.1)再次蒸至近干。

6.3.2 加入约 50 mL 水,煮沸 1~2 min,溶液冷却至室温后用中速滤纸滤入 100 mL 容量瓶中,用水洗涤滤纸及沉淀 3~5 次,洗液并入滤液,以水定容。

6.3.3 按表 1 分取试液(6.3.2)于 50 mL 容量瓶中,加入 1 mL 盐酸(4.1),以水定容。取 1.00 mL 试样溶液(6.3.3)于 15 mL 还原瓶中,加水至 2 mL。

6.3.4 加入 10 mL 硫氰酸钾溶液(4.4)、0.4 mL 乙酸锌溶液(4.5)、1.0 mL 二氯化锡溶液(4.6)(每加一种试剂均需摇匀)。沿瓶壁缓缓加入 2.2 mL 氢氧化钠溶液(4.7)(切勿摇动!),迅速盖上还原瓶磨口塞,鼓泡并记录最大显示值(每次测定前仪器均应调零)。然后,旋转三通活塞接通余汞吸收装置,将余汞吸收于余汞吸收液(4.8)中。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 称取 0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 mL 汞标准溶液(4.10.2)于 15 mL 还原瓶中,加水至 2 mL,以下按 6.3.4 条进行(试剂空白应作三次测定,取其平均值)。

6.4.2 以汞量为横坐标,以减去试剂空白的显示值为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

汞的百分含量按下式计算:

$$\begin{aligned} \text{Hg}(\%) &= \frac{m \times 50 \times 100 \times 10^{-6}}{V \times 0.2} \times 100 \\ &= \frac{2.5 \times m}{V} \end{aligned}$$

式中: m ——自工作曲线上查得的汞量, μg ;

V ——分取试液(6.3.2)的体积, mL。