

DB37

山 东 省 地 方 标 准

DB 37/T 2346—2013

金矿石金量的测定 活性炭吸附-碘量法

Gold Quantity Measurement of Gold Mine Stone Activated Carbon Absorb-Amount
of Iodine Method

2013 - 06 - 13 发布

2013 - 07 - 10 实施

山东省质量技术监督局 发 布

目 次

前言 III

1 范围 1

2 原理 1

3 试剂和溶液 1

4 仪器 3

5 试样 3

6 分析步骤 4

7 结果计算 4

8 允许差 5

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由国家黄金钻石制品质量监督检验中心提出。

本标准由山东省黄金珠宝标准化技术委员会归口。

本标准由国家黄金钻石制品质量监督检验中心、山东省黄金矿产品质量监督检验中心负责起草。

本标准主要起草人：祝培明、张吉才、程佑法、王少志、张凤霞、李桂华、王萍。

金矿石金量的测定 活性炭吸附-碘量法

1 范围

本标准规定了用碘量法对金矿石中金含量进行化学分析的一般要求。

本标准适用于金矿物料中金量的测定。测定范围是金量0.1~100.0 g/t。

2 原理

试样经焙烧除硫、炭、砷、锑及有机物后，用王水溶解，金呈氯金酸状态进入溶液中，经活性炭吸附柱吸附富集金后与大量干扰元素分离，焙烧除炭提取金，再以王水溶解。在稀乙酸介质中，用氟化氢铵、乙二胺四乙酸二钠掩蔽铁、铜、铅等干扰元素，加碘化钾与氯化金作用析出等当量的游离碘，以淀粉作指示剂，用硫代硫酸钠标准溶液滴定，测定金量。

3 试剂和溶液

3.1 盐酸分析纯

$\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ 。

3.2 硝酸分析纯

$\rho = 1.40 \text{ g/mL}$ 。

3.3 王水

3.3.1 盐酸（4.1）+硝酸（4.2）=3+1，现用现配。

3.3.2 盐酸（4.1）+硝酸（4.2）+水=3+1+4，现用现配。

3.4 氟化氢铵溶液

$\rho(\text{NH}_4\text{HF}_2) = 200 \text{ g/L}$ 。

3.5 氟化氢铵溶液

$\rho(\text{NH}_4\text{HF}_2) = 20 \text{ g/L}$ 。

3.6 分析纯活性炭

粒度为0.074 mm，将分析纯活性炭放入氟化氢铵溶液（4.5）中浸泡7 d后抽滤，以盐酸溶液（2%）及水洗净氟离子。

3.7 纸浆

将定性滤纸撕碎放入水中浸泡，搅拌捣碎备用。

3.8 活性炭—纸浆混合物

活性炭(4.6):纸浆(4.7)=1:2。

3.9 氯化钾溶液

$\rho(\text{KCl})=100\text{ g/L}$ 。

3.10 乙二胺四乙酸二钠溶液

$\rho(\text{EDTA})=25\text{ g/L}$ 。

3.11 乙酸溶液

$\phi(\text{CH}_3\text{COOH})=7\%$ 。

3.12 淀粉溶液

$\rho(\text{淀粉})=10\text{ g/L}$ 。称取1.00 g可溶性淀粉,加入5 mL水调成糊状,在不断搅拌下加入100 mL沸热的水,煮沸放冷备用。

3.13 碘化钾(分析纯)

固体。

3.14 金标准储备溶液

$\rho(\text{Au})=1.00\text{ mg/mL}$ 。称取1.0000 g光谱纯金置于100 mL烧杯中,加入20 mL新配制的王水(4.3.1)和2 g氯化钾,在沸水浴上溶解并蒸干,加盐酸(4.1)5 mL蒸干,再加盐酸(4.1)3 mL蒸干至无酸味取下。移入1000 mL容量瓶中,加盐酸(4.1)8.3 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

3.15 金标准溶液

$\rho(\text{Au})=100\text{ ug/mL}$ 。准确吸取50 mL金标准储备溶液(4.14)于1000 mL容量瓶中,加盐酸(4.1)8.3 mL,稀释至刻度,摇匀。

3.16 硫代硫酸钠标准储备溶液

称取2.52 g分析纯无水硫代硫酸钠,溶于煮沸10 min后冷却的水中,加0.1g无水碳酸钠,用水转入1000 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液对金的滴定度 $T(\text{mg/mL})\approx 1$ 。

3.17 硫代硫酸钠标准溶液

移取60 mL硫代硫酸钠标准储备溶液(4.16),用煮沸10 min后冷却的水稀释至2000 mL容量瓶,用无水硫酸钠调 $\text{pH}=8\sim 9$,定容摇匀。此溶液对金的滴定度 $T(\text{ug/mL})\approx 30$ 。使用前应以金标准溶液进行标定。

3.18 硫代硫酸钠标准溶液标定。

3.18.1 取5.00 mL金标准溶液(4.15)3份,于50 mL瓷坩埚中,加5 mL热乙酸溶液(4.11),4滴氟化氢铵溶液(4.4),6滴乙二胺四乙酸二钠溶液(4.10),0.1 g碘化钾(4.13),搅匀。用硫代硫酸钠标准溶液(4.17)滴定至淡黄色,加5滴淀粉溶液(4.12)滴定至蓝色消失为终点。记录消耗硫代硫酸钠标准溶液的毫升数,同时做空白试验。

3. 18. 2 按下式计算硫代硫酸钠标准溶液对金的滴定度 T (μg/mL)：

$$T=\frac{m_{Au}}{V_1-V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- m_{Au} ——分取金标准溶液相当于金的微克数；
- V_1 ——滴定消耗硫代硫酸钠标准溶液体积，mL；
- V_0 ——滴定空白试验消耗硫代硫酸钠标准溶液体积，mL。

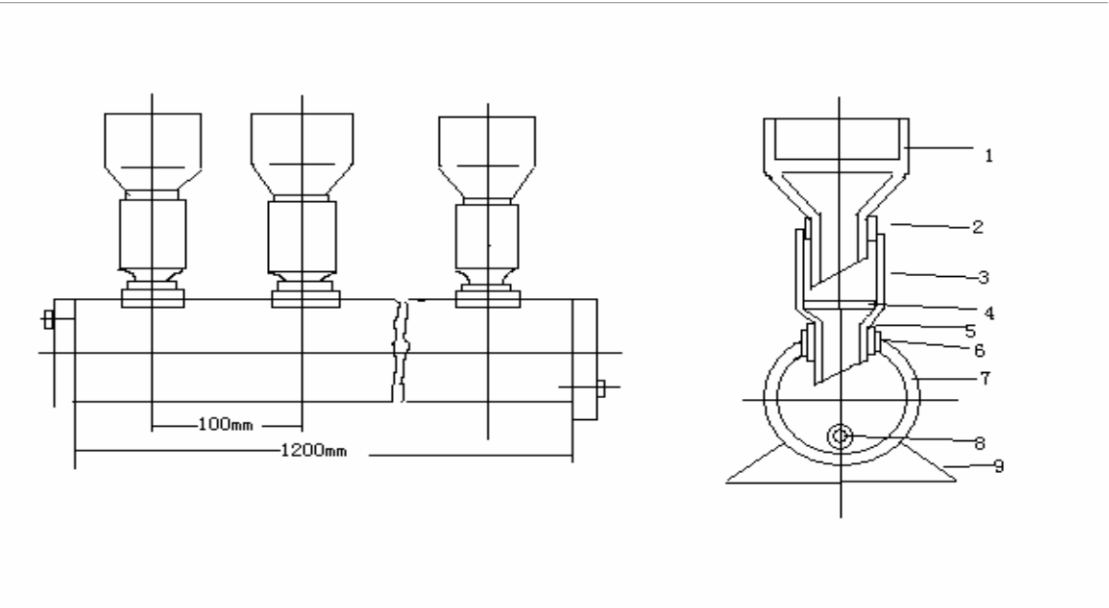
4 仪器

4. 1 高温炉

室温至1300 ℃温度可控。

4. 2 活性炭吸附柱

将内径35 mm、高90 mm的玻璃吸附柱插入抽滤筒孔中，柱内放一片外径为32 mm的多孔塑料板，倾入纸浆（4. 7）抽滤，滤干压实后纸浆层厚约3~4 mm，再加入活性炭与纸浆的混合物（4. 8），抽干压实后厚度为5~10 mm。以水吹洗柱壁，再加入一层薄纸浆（4. 7）滤干压实。装上布氏漏斗，在漏斗上铺两张滤纸并加入少许纸浆，备用。装置见图1。



说明：

- | | |
|-------------------------|----------------------------|
| 1——布氏漏斗（直径 80mm）； | 6——吸附柱插孔（直径 30mm）； |
| 2——7 号胶塞； | 7——抽滤筒（直径 150mm）； |
| 3——吸附柱（内径 35mm、高 90mm）； | 8——排气口（直径 3mm，抽气口在另一端的上部）； |
| 4——多孔滤板（直径 32mm）； | 9——抽滤筒底座。 |
| 5——6 号胶塞； | |

图1 抽滤装置示意图

5 试样

- 5.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。
- 5.2 试样应在 100~105 ℃烘干 1h 后，置于干燥器中冷却至室温。

表 1 不同金含量对应的试样量

金质量分数, g/t	试样量, g
0.10~1.00	30.00
>1.00~10.00	20.00
>10.00	10.00

6 分析步骤

6.1 称量

按表 1 称取试样 10~30 g, 精确至 0.01 g。独立地进行两次测定，取其平均值。

6.2 空白试验

随同试样进行不少于 2 份空白试验，所用试剂须取自同一瓶试剂。

6.3 测定

- 6.3.1 将试样(7.1)置于瓷焙烧皿中，放入高温炉从低温升至 600~650℃焙烧 2 h。取出冷却后移入 400 mL 烧杯，以少量水润湿，加 150 mL 新配制的王水(4.3.2)，在电热板上加热至微沸并保持约 1 h，取下。
- 6.3.2 用王水(2%)冲洗表面皿和杯壁并加 100 mL 水稀释，于预先准备好的活性炭吸附柱及抽滤吸附装置上抽气过滤，用王水(2%)洗涤烧杯 3~4 次，洗涤布氏漏斗和沉淀物 3~4 次, 取下布氏漏斗。
- 6.3.3 先后用温热的氟化氢铵溶液(4.5)、盐酸溶液(5%)和水洗吸附柱各 4~5 次。取下活性炭纸饼，置于 50 mL 瓷坩埚中，在高温炉中从常温开始升温到 650 ℃灰化灼烧至无黑色炭粒为止。
- 6.3.4 取出坩埚，冷却。沿坩埚壁加 1 mL 王水(4.3.1)，3 滴氯化钾溶液(4.9)，在水浴上加热溶解残渣。蒸干后滴加盐酸(4.1)5 滴，蒸干至无酸味取下。加 5mL 热乙酸溶液(4.11)，轻摇冲洗坩埚壁，放置稍冷，加 4 滴氟化氢铵溶液(4.4)，6 滴乙二胺四乙酸二钠溶液(4.10)，0.1g 碘化钾(4.13)，搅匀。用硫代硫酸钠标准溶液(4.17)滴定至淡黄色，加 5 滴淀粉溶液(4.12)滴定至蓝色消失为终点。记录消耗硫代硫酸钠标准溶液的毫升数，同时进行空白试验(7.2)的滴定。

7 结果

7.1 计算公式：

$$\omega(Au) = \frac{(V_1 - V_0) \times T}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：
式中：
ω (Au)——金的质量分数，g/t；

T ——每毫升硫代硫酸钠标准溶液相当于金的微克数， $\mu\text{g/mL}$ ；
 V_t ——滴定试料溶液消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积， mL ；
 V_o ——滴定空白试验(7.2)消耗硫代硫酸钠标准溶液的体积， mL ；
 m ——试样的质量， g 。

7.2 分析结果表示至小数点后第二位。

8 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 实验结果允许差

单位：g/t

金质量分数	允许差
0.20~1.00	0.30
>1.00~2.00	0.40
>2.00~3.00	0.50
>3.00~5.00	0.60
>5.00~7.00	0.75
>7.00~10.0	1.00
>10.0~15.0	1.40
>15.0~20.0	1.80
>20.0~30.0	2.0
>30.0~40.0	2.4
>40.0~60.0	2.7
>60.0~80.0	3.0
>80.0~100.0	3.5
>100.0~150.0	4.0
>150.0~250.0	5.0
>250.0~350.0	6.0
>350.0~4500.0	7.0
>450.0~550.0	8.0
>550.0~650.0	9.0
>650.0	10.0