

金矿石化学分析方法 金量的测定 活性炭 吸附-氢醌容量法

Chemistry Analyzes Method in Gold Ores, Determination of Gold Contents, Active
Carbon Absorption-Hydroquinone Volumetric 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 II

1 范围 1

2 方法提要 1

3 试剂和溶液 1

4 仪器 3

5 试样 4

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。

本标准起草单位：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。

本标准主要起草人：张吉才、刘晓伟、祝培明、王少志、张凤霞、李桂华、杨喜龙、王萍。

金矿石化学分析方法 金量的测定 活性炭吸附-氢醌容量法

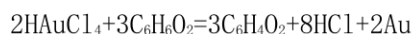
1 范围

本标准规定了用氢醌容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。测定范围为金量0.1~100.0 g/t。

2 方法提要

试样经焙烧除硫、炭、砷、锑及有机质后，用王水溶解，金呈氯金酸状态进入溶液中，用活性炭吸附富集金与大量干扰元素分离，将载金炭灰化后，再以王水溶解。在磷酸-磷酸二氢钾缓冲溶液中，以盐酸联苯胺作指示剂，用氢醌标准溶液滴定，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

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

3.5 活性炭（分析纯）

粒度为0.074 mm，将分析纯活性炭放入氟化氢铵溶液（4.4）中浸泡7 d后抽滤，以盐酸溶液（2%）及水各洗3遍。

3.6 纸浆

将定性滤纸撕碎放入水中浸泡，搅拌捣碎备用。

3.7 活性炭-纸浆混合物

活性炭（4.5）：纸浆（4.6）=1：2。

3.8 氯化钾溶液

$\rho(\text{KCl})=100 \text{ g/L}$ 。

3.9 磷酸（分析纯）

$\rho=1.69 \text{ g/mL}$ 。

3.10 磷酸二氢钾（分析纯）

固体。

3.11 盐酸联苯胺指示剂溶液

$\rho(\text{盐酸联苯胺})=1 \text{ g/L}$ 。称取1 g盐酸联苯胺，用少量冰乙酸溶解后，用水稀释至1000 mL。

3.12 磷酸—磷酸二氢钾缓冲溶液

$\text{pH}=2\sim 2.5$ 。称取500 g磷酸二氢钾（4.10）溶于3000 mL水中，加160 mL磷酸（4.9），用磷酸（4.9）和氢氧化钾溶液调节 pH 至 $2\sim 2.5$ 。加入饱和氯水至有氯的气味为止[取5 mL缓冲液于坩埚中，加1滴盐酸联苯胺指示剂（4.11）溶液显黄色]。煮沸除去过量氯气[取5 mL缓冲液于坩埚中，加1滴盐酸联苯胺指示剂（4.11）溶液不显黄色表明氯气已赶尽]，冷却后稀释至5000 mL，摇匀。

3.13 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。

3.14 金标准溶液

$\rho(\text{Au})=100 \text{ ug/mL}$ 。准确吸取100 mL金标准储备溶液（4.13）于1000 mL容量瓶中，加盐酸（4.1）8.3 mL，稀释至刻度，摇匀。

3.15 氢醌标准储备溶液

称取优级纯对苯二酚（ $\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2$ ）0.8386g溶于400 mL冷水中（不可加热），加8.3 mL盐酸（4.1），转移至1000 mL棕色容量瓶中，定容摇匀。此溶液对金的滴定度 $T(\text{mg/mL})\approx 1$ 。

3.16 氢醌标准溶液

移取30 mL氢醌标准储备溶液（4.15）于1000 mL容量瓶中，加8.3 mL盐酸（4.1）稀释至刻度，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。

3.17 氢醌标准溶液标定

3.17.1 移取5.00 mL金标准溶液（4.14）3份于50 mL瓷坩埚中，加入5 mL磷酸—磷酸二氢钾缓冲溶液（4.12），立即用氢醌标准溶液（4.16）滴定至浅黄色，加1滴盐酸联苯胺指示剂（4.11），继续滴至浅黄色，再加入2滴盐酸联苯胺指示剂（4.11），缓慢滴定至黄色完全褪去为终点，记录所消耗氢醌标准溶液的毫升数。同时做空白试验。

3.17.2 按式（1）计算氢醌标准溶液对金的滴定度 T ：

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

式中：
 m_{Au} ——分取金标准溶液相当于金的微克数， μg ；
 V_i ——滴定金标准溶液消耗的氢醌标准溶液体积， mL ；
 V_0 ——滴定空白试验消耗的氢醌标准溶液体积， mL 。

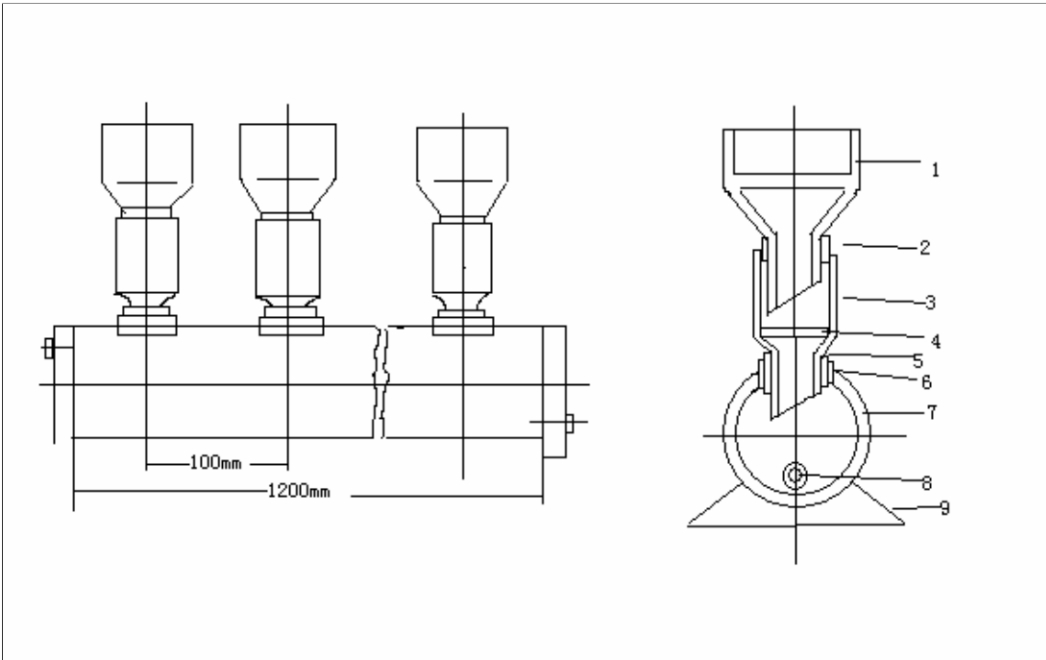
4 仪器

4.1 高温炉

常温到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（4.6）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（4.7），抽干压实后厚度为5~10 mm。以水吹洗柱壁，再加入纸浆（4.6）滤干压实其层厚约2~3 mm。装上布氏漏斗，在漏斗上铺两张滤纸并加入少许纸浆（4.6），备用。装置见图1。



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

图1 抽滤装置示意图

5 试样

试样粒度不大于0.074 mm。用量参照表1。

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
>1.00~20.00	20.00
>20.00	15.00~10.00

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。

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,放入高温炉由室温逐渐升至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装置上抽气过滤,用王水(2%)洗涤烧杯3~4次,洗布氏漏斗和沉淀3~4次,取下布氏漏斗。

6.3.3 先后用温热的氟化氢铵溶液(4.4)、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(4.8),在水浴上加热溶解残渣。蒸干后加盐酸(4.1)5滴,蒸干至无酸味,取下。加入5 mL磷酸—磷酸二氢钾缓冲溶液(4.12),轻摇冲洗坩埚壁,立即用氢醌标准溶液(4.16)滴定至浅黄色,加1滴联苯胺指示剂(4.11),继续滴至浅黄色,再加入2滴联苯胺指示剂(4.11),缓慢滴定至黄色完全褪去且5分钟内不再显黄色为终点,记录所消耗氢醌标准溶液的毫升数。同时做空白试验。

7 结果计算

7.1 按式(2)计算金的质量分数:

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

式中:
ω(Au)——金的质量分数, g/t
T ——每毫升氢醌标准溶液相当于金的微克数, μg/mL;
V₁ ——滴定试样溶液消耗的氢醌标准溶液体积, mL;

V_0 ——滴定空白试验(7.2)消耗的氢醌标准溶液体积, mL;
 m_s ——试样的质量, g。

- 7.2 分析结果表示至小数点后第二位。
7.3 应独立地进行两次测定, 结果取其平均值。

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
0.10~0.20	0.10
0.20~0.50	0.20
0.50~1.00	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