



中华人民共和国国家标准

GB 7739.1~7739.4—87

金精矿化学分析方法

Methods for chemical analysis of
gold concentrates

1987-05-12发布

1988-01-01实施

国家标准局 发布

金精矿化学分析方法
碘量法测定砷量Methods for chemical analysis of
gold concentrates
The indometric method for the determination
of arsenic content

本标准适用于金精矿中砷量的测定。测定范围：0.35~2.00%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样以硝酸分解，以氟化物挥发除硅，经冒硫酸烟，于10 mol/l盐酸溶液中，用氯化亚铜还原砷为三价，溴化钾为催化剂，用苯萃取砷与共存元素分离。再用水反萃取砷，于pH7~9的碳酸氢钠溶液中，以淀粉溶液作指示剂，用碘标准溶液滴定，测定砷量。

试液中存在200mg铁、200mg铈、30mg铜、5mg锡、10mg锰、1mg铊、100mg铅及其他共存元素铋、金、银、铝、锌等元素不干扰测定。

2 试剂

2.1 氯化亚铜。

2.2 溴化钾。

2.3 苯。

2.4 氟化钠。

2.5 硝酸 (ρ 1.42g/ml)。

2.6 硫酸 (1+1)。

2.7 盐酸 (ρ 1.19g/ml)。

2.8 盐酸 (10mol/l)。

2.9 碳酸氢钠饱和溶液。

2.10 淀粉溶液 (0.5%)：称取0.5g可溶性淀粉，置于200ml烧杯中，加入少量水调成糊状，加入100ml沸水，充分搅拌，煮沸至透明。

2.11 砷标准溶液：称取0.6602g三氧化二砷（预先在100~105℃烘1h，置于干燥器中冷至室温），置于250ml烧杯中，加入30ml 10%氢氧化钠，微热溶解至清亮，加入100ml水，加入30ml硫酸(2.6)，冷却，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.5mg砷。

2.12 碘标准溶液： $c(I_2) = 0.005\text{mol/l}$ ；

2.12.1 配制：称取10g碘化钾，2.544g碘置于250ml烧杯中，加入少量水使碘完全溶解，移入棕色瓶中，加入约2000ml水，混匀，置于暗处，三天后标定。

2.12.2 标定（每次分析试样时都标定，并随同做空白）：移取10.00ml砷标准溶液(2.11)三份，分别置于250ml烧杯中，加入5ml硝酸(2.5)，盖上表皿，加热5min，加入5ml硫酸(2.6)，用少量水冲洗表皿及杯壁，取下表皿，蒸至冒浓烟，使残留液约1ml，以下按4.3.2~4.3.7款进行：