

ICS 73.060.99  
D 46



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 7739.3—2007  
代替 GB/T 7739.3—1987, GB/T 7739.4—1987

GB/T 7739.3—2007

## 金精矿化学分析方法 第3部分:砷量的测定

Methods for chemical analysis of gold concentrates—  
Part 3: Determination of arsenic contents

中华人民共和国  
国家标准  
金精矿化学分析方法  
第3部分:砷量的测定  
GB/T 7739.3—2007

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字  
2007年7月第一版 2007年7月第一次印刷

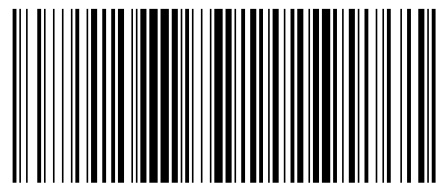
\*

书号:155066·1-29572 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 7739.3—2007

2007-04-27 发布

2007-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

#### 4.2.10 亚砷酸钠标准溶液 $[c(1/2\text{Na}_3\text{AsO}_3)=0.01\text{ mol/L(或 }0.05\text{ mol/L)}]$ :

称取 0.494 6 g(或 2.472 8g)优级纯亚砷酸酐( $\text{As}_2\text{O}_3$ ),置于 200 mL 烧杯中,加入 10 mL~20 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),微热溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至 200 mL~300 mL,加入 2 滴~3 滴酚酞指示剂(3 g/L),用硫酸(4.2.3)中和至红色刚好消失。加入 5 g 碳酸氢钠,冷至室温,以水稀释至刻度,摇匀。

#### 4.2.11 碘标准溶液 $[c(1/2\text{I}_2)=0.01\text{ mol/L(或 }0.05\text{ mol/L)}]$ :

4.2.11.1 配制:称取 1.27 g(或 6.35 g)碘,置于预先盛有碘化钾溶液(40 g 碘化钾溶于 20 mL~25 mL 水中)的锥形瓶中,摇动使碘完全溶解,移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

4.2.11.2 标定:用滴定管准确加入 20 mL 亚砷酸钠标准溶液(4.2.10)于 300 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 碳酸氢钠溶液(4.2.6),5 mL 淀粉溶液(4.2.7),用水吹洗瓶壁,稀释至体积约 80 mL,用碘标准溶液(4.2.11)滴定至浅蓝色为终点。

按式(4)计算碘标准溶液的实际浓度:

$$c_1 = \frac{c_2 \cdot V_2}{V_1} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$c_1$ ——碘标准溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$c_2$ ——亚砷酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_1$ ——滴定时消耗碘标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——加入亚砷酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

### 4.3 试样

4.3.1 试样粒度不大于 0.074 mm。

4.3.2 试样应在 100℃~105℃烘 1 h 后,置于干燥器中冷却至室温。

### 4.4 分析步骤

#### 4.4.1 试料

称取 0.20 g~0.50 g 试样。精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

#### 4.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 4.4.3 测定

4.4.3.1 将试料(4.4.1)置于 500 mL 锥形瓶中,用少量水润湿,加入 15 mL~20 mL 硝酸(4.2.2),待剧烈反应停止后,移至电热板上加热蒸发至小体积(必要时加入少许氯酸钾,使析出的硫氧化)。

4.4.3.2 加入 10 mL~15 mL 硫酸(4.2.4),用少量水吹洗瓶壁,加热蒸发至冒三氧化硫浓烟,取下冷却,用水吹洗瓶壁,继续加热蒸发至冒三氧化硫浓烟,并保持 5 min。取下冷却,加入 35 mL 水,加热使可溶性盐类溶解,取下稍冷,加入 35 mL 盐酸(4.2.1),加入 0.1 g 硫酸铜,不断搅拌,分次加入亚磷酸钠(4.2.5)至溶液黄绿色褪去后,再过量 1 g~2 g。

4.4.3.3 在锥形瓶上用橡皮塞连接一个约 70 cm~80 cm 的玻璃管,煮沸 20 min~30 min,使沉淀凝聚。冷却后,用脱脂棉加纸浆过滤,用亚磷酸钠溶液(4.2.8)洗涤沉淀及锥形瓶 3 次~4 次,再用氯化铵溶液(4.2.9)洗涤 6 次~7 次,弃去滤液。

4.4.3.4 将沉淀、脱脂棉及纸浆全部移入原锥形瓶中,用小片滤纸擦净漏斗,放入原锥形瓶中,加入 100 mL 碳酸氢钠溶液(4.2.6),在摇动下,用滴定管加入碘标准溶液(4.2.11)至单体砷完全溶解,并过量数毫升。用水吹洗瓶壁,加入 5 mL 淀粉溶液(4.2.7),立即用亚砷酸钠标准溶液(4.2.10)滴定至蓝色消退,并过量 2 mL~3 mL,再继续用碘标准溶液(4.2.11)滴定至浅蓝色为终点。

### 4.5 结果计算

按式(5)计算砷的质量分数:

## 前 言

GB/T 7739《金精矿化学分析方法》分为 11 个部分:

- 第 1 部分:金量和银量的测定;
- 第 2 部分:银量的测定;
- 第 3 部分:砷量的测定;
- 第 4 部分:铜量的测定;
- 第 5 部分:铅量的测定;
- 第 6 部分:锌量的测定;
- 第 7 部分:铁量的测定;
- 第 8 部分:硫量的测定;
- 第 9 部分:碳量的测定;
- 第 10 部分:铋量的测定;
- 第 11 部分:砷量和铋量的测定。

本部分为 GB/T 7739 的第 3 部分。本部分代替 GB/T 7739.3—1987《金精矿化学分析方法 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法测定砷量》和 GB/T 7739.4—1987《金精矿化学分析方法 碘量法测定砷量》。

本部分与 GB/T 7739.3—1987 和 GB/T 7739.4—1987 相比主要变化如下:

- 本部分名称改为“金精矿化学分析方法 第 3 部分:砷量的测定”;
- “碘量法测定砷量”的测定范围调整为 0.35%~10.00%;
- 增加了“亚磷酸盐滴定法测定砷量”的新方法;
- 编排格式进行了调整。

本部分由中华人民共和国国家发展和改革委员会提出。

本部分由长春黄金研究院归口。

本部分由国家金银及制品质量监督检验中心(长春)负责起草。

本部分主要起草人:陈菲菲、黄蕊、刘冰、张琦、魏成磊、刘正红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 7739.3—1987、GB/T 7739.4—1987。

100 mL 沸水,充分搅拌,煮沸至透明。

3.2.11 砷标准溶液:称取 0.660 2 g 三氧化二砷(预先在 100℃~105℃烘 1 h,置于干燥器中冷至室温),置于 250 mL 烧杯中,加入 30 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L),微热溶解至清亮,加入 100 mL 水,加入 30 mL 硫酸(3.2.6),冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 砷。

3.2.12 碘标准溶液 $[c(1/2I_2) \approx 0.005 \text{ mol/L}]$ :

3.2.12.1 配制:称取 10 g 碘化钾,2.544 g 碘置于 250 mL 烧杯中,加入少量水使碘完全溶解,移入棕色瓶中,加入约 2 000 mL 水,混匀,置于暗处,三天后标定。

3.2.12.2 标定(每次分析试样时都标定,并随同做空白):移取 10.00 mL 砷标准溶液(3.2.11)三份,分别置于 250 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(3.2.5),盖上表皿,加热 5 min,加入 5 mL 硫酸(3.2.6),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 1 mL,以下按 3.4.3.2~3.4.3.7 进行。

按式(2)计算碘标准溶液对砷的滴定度:

$$T = \frac{cV_2}{V_1 - V_0} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$T$ ——碘标准溶液对砷的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

$c$ ——砷标准溶液的浓度,单位为克每毫升(g/mL);

$V_2$ ——所取砷标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——标定所消耗碘标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——随同标定所做空白消耗碘标准溶液的体积,单位为毫升(mL)。

标定结果保留四位有效数字,三份结果的极差值如不大于  $3 \times 10^{-6} \text{ mol/L}$  时,取其平均值。否则,需重新标定。

### 3.3 试样

3.3.1 试样粒度不大于 0.074 mm。

3.3.2 试样应在 100℃~105℃烘 1 h 后,置于干燥器中冷却至室温。

### 3.4 分析步骤

#### 3.4.1 试料

称取 0.20 g 试样。精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

#### 3.4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 3.4.3 测定

3.4.3.1 将试料(3.4.1)置于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 0.2 g~0.5 g 氟化钠(3.2.4),加入 15 mL 硝酸(3.2.5),盖上表皿,加热溶解 5 min,加入 5 mL 硫酸(3.2.6),用少量水冲洗表皿及杯壁,取下表皿,蒸至冒浓烟,使残留液约为 1 mL(防止局部蒸干),取下冷却。

3.4.3.2 加入 10 mL 盐酸(3.2.8),微热使盐类溶解,取下,冷至室温。将溶液移入 125 mL 分液漏斗中,用 20 mL 盐酸(3.2.8)分次洗净烧杯。

3.4.3.3 向分液漏斗中加入约 1.5 g 氯化亚铜(3.2.1)、0.5 g 溴化钾(3.2.2),摇匀。加入 25 mL 苯(3.2.3),振荡萃取 2 min,静置分层。

3.4.3.4 将水相移入另一个 125 mL 分液漏斗中,加入 20 mL 苯(3.2.3),振荡萃取 2min,静止分层,弃去水相。

3.4.3.5 将苯层合并于第一个分液漏斗中,用 5 mL 盐酸(3.2.8)淋洗第一个分液漏斗的颈口、磨口塞和分液漏斗内壁,不要摇动静止分层,弃去水相。同样操作洗涤数次,洗至水相无黄色。

## 金精矿化学分析方法 第 3 部分:砷量的测定

### 1 范围

本部分规定了金精矿中砷量的测定方法。

本部分适用于金精矿中砷量的测定。

### 2 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法(测定范围:0.050%~0.350%)

#### 2.1 方法提要

试样经酸分解,于 1.0 mol/L~1.5 mol/L 硫酸介质中砷被锌粒还原,生成砷化氢气体,用二乙基二硫代氨基甲酸银(以下简称铜试剂银盐)三氯甲烷溶液吸收。铜试剂银盐中的银离子被砷化氢还原成单质胶态银而呈红色。于分光光度计波长 530 nm 处测量其吸光度。

#### 2.2 试剂

2.2.1 硝酸( $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ )。

2.2.2 硫酸(1+1)。

2.2.3 无砷锌粒。

2.2.4 酒石酸溶液(400 g/L)。

2.2.5 碘化钾溶液(300 g/L)。

2.2.6 二氯化锡溶液(400 g/L),以盐酸(1+1)配制。

2.2.7 三乙醇胺(或三乙胺)三氯甲烷溶液(3+97)。

2.2.8 三氯甲烷。

2.2.9 硫酸铜溶液:称取 3.93 g 硫酸铜( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ),溶于 20 mL 水中,混匀。此溶液含铜 5 mg/mL。

2.2.10 铜试剂银盐三氯甲烷溶液(2 g/L):称取 1 g 铜试剂银盐于 1 000 mL 试剂瓶中,加入 500 mL 三乙醇胺三氯甲烷溶液(2.2.7),搅拌使其溶解,静止过夜,过滤后使用。贮存于棕色试剂瓶中。

2.2.11 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 三氧化二砷(预先在 100℃~105℃烘 1 h,置于干燥器中,冷至室温)于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L),加热溶解后,取下,冷至室温。加入 20 mL 盐酸,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含砷 0.100 mg。

2.2.12 砷标准溶液:移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(2.2.11)于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含砷 5  $\mu\text{g}$ 。

2.2.13 乙酸铅脱脂棉:将脱脂棉浸于 100 mL 乙酸铅溶液中(100 g/L,内含 1 mL 冰乙酸),取出,干燥后使用。

#### 2.3 仪器

##### 2.3.1 分光光度计

##### 2.3.2 砷化氢气体发生器及吸收装置(见图 1)