

ICS 73.060.99
D 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 20899.3—2007

GB/T 20899.3—2007

金矿石化学分析方法 第3部分：砷量的测定

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

中华人民共和国
国家标准
金矿石化学分析方法
第3部分：砷量的测定
GB/T 20899.3—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
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：155066·1-29640 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 20899.3—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

前 言

GB/T 20899《金矿石化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：金量的测定；
- 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 20899 的第 3 部分。

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、刘正红、张琦、刘冰、魏成磊。

3.2.9 氯化铵溶液(50 g/L)。

3.2.10 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 8 g)优级纯亚砷酸酐(As_2O_3)，置于 200 mL 烧杯中，加入 10 mL~20 mL 200 g/L 氢氧化钠溶液，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 2~3 滴酚酞指示剂(3 g/L)，用硫酸(3.2.3)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。

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

3.2.11.1 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。

3.2.11.2 标定：用滴定管准确加入 20 mL 亚砷酸钠标准溶液(3.2.10)于 300 mL 锥形瓶中，加入 20 mL 碳酸氢钠溶液(3.2.6)，5 mL 淀粉溶液(3.2.7)，用水吹洗瓶壁，稀释至体积约 80 mL，用碘标准溶液(3.2.11)滴定至浅蓝色为终点。

按式(2)计算碘标准溶液的实际浓度：

$$c_1 = \frac{c_2 \cdot V_2}{V_1} \dots\dots\dots (2)$$

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)。

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 0.50 g 试样。精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定，取其平均值。

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 500 mL 锥形瓶中，用少量水润湿，加入 15 mL~20 mL 硝酸(3.2.2)，待剧烈反应停止后，移至电热板上加热蒸发至小体积(试样中含硫高时，加入少许氯酸钾，使析出的硫氧化)。

3.4.3.2 加入 10 mL~15 mL 硫酸(3.2.4)，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(3.2.1)，加入 0.1 g 硫酸铜，不断搅拌，分次加入卑磷酸钠(3.2.5)至溶液黄绿色褪去后，再过量 1 g~2 g。

3.4.3.3 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，用卑磷酸钠溶液(3.2.8)洗涤沉淀及锥形瓶 3 次~4 次，再用氯化铵溶液(3.2.9)洗涤 6 次~7 次，弃去滤液。

3.4.3.4 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(3.2.6)，在摇动下，用滴定管加入碘标准溶液(3.2.11)至元素砷完全溶解，并过量数毫升。用水吹洗瓶壁，加入 5 mL 淀粉溶液(3.2.7)，立即用亚砷酸钠标准溶液(3.2.10)滴定至蓝

金矿石化学分析方法 第 3 部分：砷量的测定

1 范围

本部分规定了金矿石中砷量的测定方法。

本部分适用于金矿石中砷量的测定。

2 二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法测定砷量(测定范围：0.010%~0.350%)

2.1 方法提要

试样经酸分解，于 1 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。此溶液含砷 0.100 mg/mL。

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。此溶液含砷 5 $\mu\text{g/mL}$ 。

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)。