

ICS 73.060.99
D 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 20899.4—2007

GB/T 20899.4—2007

金矿石化学分析方法 第4部分：铜量的测定

Methods for chemical analysis of gold ores—
Part 4: Determination of copper contents

中华人民共和国
国家标准
金矿石化学分析方法
第4部分：铜量的测定
GB/T 20899.4—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 11 千字
2007年7月第一版 2007年7月第一次印刷

*

书号：155066·1-29641 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 20899.4—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 4 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,河南中原黄金冶炼厂、灵宝黄金股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人:陈菲菲、黄蕊、张玉明、刘鹏飞、鲍姝玲、魏成磊、刘正红。

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1}{(V_2 - V_0) \times 0.063\ 55} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c_0 ——铜标准溶液的质量浓度,单位为克每毫升(g/mL);

V_1 ——移取铜标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定铜标准溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——标定时空白溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.063 55——铜的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

平行标定三份,测定值保留四位有效数字,其极差值不大于 8×10^{-5} mol/L 时,取其平均值,否则重新标定。此溶液每隔一周后必须重新标定一次。

3.3 试样

3.3.1 试样粒度不大于 0.074 mm。

3.3.2 试样在 100℃~105℃烘箱中烘 1 h 后,置于干燥器中冷至室温。

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 锥形烧杯中。用少量水润湿,加入 10 mL 盐酸(3.2.4),置于电热板上低温加热 3 min ~ 5 min,取下稍冷,加入 5 mL 硝酸(3.2.5)和 0.5 mL 溴(3.2.10),盖上表面皿,混匀,低温加热,待试料完全溶解后,取下稍冷,用少量水洗涤表面皿,继续加热蒸干,取下稍冷,用少量水洗涤表皿,继续加热蒸至近干,取下冷却。

注 1: 若试料中硅含量较高时,需加入 0.5 g 氟化氢铵(3.2.3)。

注 2: 若试料中碳含量较高时,需加入 2 mL~5 mL 高氯酸(3.2.6),加热溶解至无黑色残渣,并蒸干。

注 3: 若试料中含硅、碳均高时,加 0.5 g 氟化氢铵(3.2.3)和 5 mL~10 mL 高氯酸(3.2.6)。

3.4.3.2 用 30 mL 水洗涤表面皿及杯壁,盖上表面皿,置于电热板上煮沸,使可溶性盐类完全溶解,取下冷至室温。滴加乙酸铵溶液(3.2.13)至红色不再加深并过量 4 mL,然后加入 4 mL 氟化氢铵饱和溶液(3.2.12),混匀。加入 3 g 碘化钾(3.2.1)摇动溶解,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.2.18)滴定至浅黄色,加入 2 mL 淀粉溶液(3.2.16),继续滴定至浅蓝色,加入 5 mL 硫氰酸钾溶液(3.2.15),激烈摇振至蓝色加深,再滴定至蓝色刚好消失为终点,记录消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积 V_3 。

注 4: 若试料铁含量极少时,滴加乙酸铵溶液前补加 1 mL 三氯化铁溶液(3.2.14)。

注 5: 若试料铅、铋含量高时,需提前加 2 mL 淀粉溶液(3.2.16)。

3.5 结果计算

按式(3)计算铜的质量分数:

$$\omega(\text{Cu}) = \frac{c(V_3 - V_4) \times 0.063\ 55}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$\omega(\text{Cu})$ ——铜的质量分数,用%表示;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_3 ——试料溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——空白溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

金矿石化学分析方法 第 4 部分:铜量的测定

1 范围

本部分规定了金矿石中铜含量的测定方法。

本部分适用于金矿石中铜含量的测定。

2 火焰原子吸收光谱法测定铜量(测定范围:0.010%~2.00%)

2.1 方法提要

试料经盐酸、硝酸、高氯酸和氢氟酸溶解。在稀盐酸介质中,于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,以空气-乙炔火焰测量铜的吸光度。按标准曲线法计算铜的含量。

2.2 试剂

2.2.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

2.2.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

2.2.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

2.2.4 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。

2.2.5 硝酸(1+1)。

2.2.6 铜标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铜(Cu 的质量分数 \geq 99.99%)置于 250 mL 烧杯中,加入 25 mL 硝酸(2.2.5),盖上表面皿,于电热板上低温加热至完全溶解,煮沸驱赶氮的氧化物。取下冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 40 mL 硝酸(2.2.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

2.2.7 铜标准溶液:移取 25.00 mL 铜标准贮存溶液(2.2.6)于 250 mL 容量瓶中,加入 25 mL 硝酸(2.2.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铜。

2.3 仪器

原子吸收光谱仪,附铜空心阴极灯。

在仪器最佳条件下,凡能达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用。

灵敏度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,铜的特征浓度应不大于 0.034 μ g/mL。

精密性:用最高浓度的标准溶液测量 11 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量 11 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.8。

2.4 试样

2.4.1 试样粒度不大于 0.074 mm。

2.4.2 试样在 100℃~105℃烘箱中烘 1 h 后,置于干燥器中冷却至室温。

2.5 分析步骤

2.5.1 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。