



中华人民共和国国家标准

GB/T 7739.3—2019
代替 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 content

2019-12-31 发布

2020-11-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 7739《金精矿化学分析方法》分为如下部分：

- 第 1 部分：金量和银量的测定；
- 第 2 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 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：铈量的测定；
- 第 12 部分：砷、汞、镉、铅和铋量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 13 部分：铅、锌、铋、铬、镉、铈和汞量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 14 部分：铈量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 7739 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 7739.3—2007《金精矿化学分析方法 第 3 部分：砷量的测定》，与 GB/T 7739.3—2007 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了“重复性”条款和“再现性”要求(见 2.7 和 3.6)；
- 删除了“允许差”要求(见 2007 年版的 2.7 和 4.6)；
- 删除了“碘量法测定砷量”方法(见 2007 年版的第 3 章)；
- 修改了二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法，硫酸铁铵溶液替代硫酸铜，试验步骤进行调整(见 2.5.3.3, 2007 年版的 2.5.3.3)；
- 将卑磷酸盐滴定法修改为重铬酸钾滴定法，重铬酸钾滴定法的测定范围为“0.15%~15.00%”(见第 1 章和第 3 章, 2007 年版的第 4 章)。

本部分由全国黄金标准化技术委员会(SAC/TC 379)提出并归口。

本部分起草单位：长春黄金研究院有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、北矿检测技术有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、灵宝黄金集团股份有限公司、潼关中金冶炼有限责任公司、江西三和金业有限公司。

本部分主要起草人：陈永红、苏广东、芦新根、孟宪伟、刘正红、洪博、栾海光、王丽丽、姜兴伟、张俊峰、隋俊勇、王凌燕、蒯丽君、陈殿耿、卢小龙、谢燕红、朱延胜、胡站锋、郭雅琴、柳鸿飞、张广盛。

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 7739.3—2007。

金精矿化学分析方法

第3部分:砷量的测定

1 范围

GB/T 7739 的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。方法1测定范围:0.050%~0.350%;方法2测定范围:0.15%~15.00%。

2 方法1:二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法

2.1 原理

试料经酸分解,于1.0 mol/L~1.5 mol/L 硫酸介质中砷被无砷锌粒还原,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 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

2.2.1 无砷锌粒。

2.2.2 氯酸钾。

2.2.3 三氯甲烷。

2.2.4 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

2.2.5 硫酸(1+1)。

2.2.6 酒石酸溶液(400 g/L)。

2.2.7 碘化钾溶液(300 g/L)。

2.2.8 二氯化锡溶液(400 g/L):以盐酸(1+1)配制。

2.2.9 三乙醇胺(或三乙胺)三氯甲烷溶液(3+97)。

2.2.10 硫酸铁铵溶液[$\rho(\text{Fe})=20$ g/L]:称取108 g 硫酸铁铵[$\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$],加入水和10 mL 硫酸(2.2.5),搅拌溶解后,移入1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

2.2.11 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(2.2.9),搅拌使其溶解,静置过夜,过滤后使用。贮存于棕色试剂瓶中。

2.2.12 砷标准溶液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):有证标准溶液。

2.2.13 砷标准溶液 I (100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):移取10.00 mL 砷标准溶液(2.2.12)于100 mL 容量瓶中,加5 mL 硝酸(2.2.4),用水稀释至刻度,混匀。

2.2.14 砷标准溶液 II (5 $\mu\text{g}/\text{mL}$):移取5.00 mL 砷标准溶液 I (2.2.13)于100 mL 容量瓶中,加5 mL 硝酸(2.2.4),用水稀释至刻度,混匀。

2.2.15 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。