



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

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

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 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：铈量的测定；
- 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“卑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。

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(ρ 1.42 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 μg 。

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)