

团 体 标 准

T/ HNNMIA 11—2020

金矿石 金量的测定 泡沫塑料富集— 火焰原子吸收光谱法

Gold ores—Determination of gold content—Determination of aurum contents by foamed plastic enrichment—Flame atomic absorption spectrometric method

2020-10-09 发布

2020-10-09 实施

河南省有色金属行业协会

发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2020给出的规则起草。

本标准由河南省有色金属地质矿产局提出。

本标准由河南省有色金属行业协会归口。

本标准起草单位：河南省有色金属地质勘查总院、河南省有色金属地质矿产局第一地质大队、河南省有色金属地质矿产局第二地质大队、河南省有色金属地质矿产局第三地质大队、河南省有色金属地质矿产局第五地质大队、河南省有色金属地质矿产局第六地质大队、河南省有色金属地质矿产局第七地质大队、安阳海关、河南省资源环境调查五院。

本标准主要起草人：余文丽、任金鑫、宛瑞静、张会、张丽曼、张亚增、朱尧伟、秦明、胡利芳、邢荣花、杨牧青、王小强、陈清、程宝成、张磊、赵亚男、颜蕙园、卢希、张项、郝振威、班俊生、姚永生。

本标准为首次发布。

金矿石 金量的测定 泡沫塑料富集-火焰原子吸收光谱法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施、并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了泡沫塑料富集-火焰原子吸收光谱法测定金矿石中的金含量。

本标准适用于一般金矿石中金量的测定。金的测定范围 $0.2 \mu\text{g/g} \sim 100 \mu\text{g/g}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 14505 岩石和矿石化学分析方法 总则及一般规定

3 原理

王水溶解试料，泡沫塑料震荡吸附溶液中金，用硫脲溶液定量解脱金。使用空气-乙炔火焰，于波长 242.8 nm 处，用火焰原子吸收分光光度计测量试液吸光度，计算金量。

4 试剂和材料

4.1 分析中除另有说明外，均使用认可的分析纯试剂。实验用水为 GB/T 6682 规定的二级及二级以上蒸馏水或纯度与其相当的水。

4.2 硫脲。

4.3 高纯金粉（含量大于 99.99%）。

4.4 三氯化铁。

4.5 磷酸三丁酯（ ρ 0.977 g/mL）。

4.6 盐酸（ ρ 1.19 g/mL）。

4.7 盐酸（1+19）。

4.8 硝酸（ ρ 1.42 g/mL）。

- 4.9 王水：量取 600 mL 盐酸（4.6）于 1 000 mL 烧杯中，加入 200 mL 硝酸（4.8）搅匀，用时现配。
- 4.10 王水（1+1）：量取 100 mL 王水（4.9）于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 水，搅匀。用时现配。
- 4.11 三氯化铁溶液（150 g/L）：称取 15 g 三氯化铁（4.4）于 100 mL 烧杯中，加入 100 mL 水，搅拌至完全溶解。
- 4.12 硫脲溶液（15 g/L）：称取 15 g 硫脲于 1 L 烧杯中，加 990 mL 水，再加盐酸（4.6）10 mL，低温加热并不断搅拌，溶解后备用。用时现配。
- 4.13 泡沫塑料（聚氨酯型）：致密无大空隙，裁成 3 cm×1.5 cm×1.5 cm 的块状，重量约为 0.3 g~0.5 g，中间剪 3~5 刀，用水冲洗，再用 10% 盐酸浸泡 1 h，用水洗净。放入不断搅拌的磷酸三丁酯（1+100）液体中，重复挤吸泡沫塑料中液体 2 min~5 min，取出用水洗净，晾干备用。泡沫塑料金吸附率不小于 97%。
- 4.14 金标准储备溶液：称取高纯金粉（4.3）0.500 0 g 于 150 mL 烧杯中，加王水（4.9）10 mL~20 mL，盖上表面皿，在电热板上低温加热溶解，待全部溶解后，取下冷却至室温，用水冲洗表面皿，然后移入 1 000 mL 容量瓶中，加王水（4.10）600 mL，用水稀至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 500 μ g 金。
- 4.15 金标准工作溶液：分取金标准储备溶液（4.14）20.00 mL 于 500 mL 容量瓶中，加王水（4.9）40 mL，用水稀至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 20 μ g 金。

5 仪器和设备

- 5.1 火焰原子吸收分光光度计：工作条件采用波长 242.8 nm、空气-乙炔氧化性火焰。
- 5.2 马弗炉：25 $^{\circ}$ C~1 000 $^{\circ}$ C。
- 5.3 回旋式震荡器：转速范围（60 r/min~300 r/min），偏心距（30 mm）。
- 5.4 高纯乙炔气（纯度大于 99.99%）。

6 样品

- 6.1 按 GB/T 14505 中规定，制取实验室试样。试样粒度应小于 74 μ m。
- 6.2 将试样充分混合，按 GB/T 14505 中规定，一般试样于 105 $^{\circ}$ C~110 $^{\circ}$ C，易氧化、易分解矿石于 60 $^{\circ}$ C~80 $^{\circ}$ C，干燥时间 2 h 以上，冷却至室温后备用。

7 试验步骤

7.1 试料量

按表1称取试料，精确至 0.01 g。

表 1 试料称取量

金量/($\mu\text{g/g}$)	称取量/g
≤ 10	20
$> 10 \sim 50$	15
$> 50 \sim 100$	10

7.2 测定次数

对同一试样应独立进行测定两次，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验，所用试剂应取自同一试剂瓶。

7.4 试料分解

7.4.1 称取试料（7.1）于烧样方船中，摊匀，移入马弗炉中，从低温升至 650 $^{\circ}\text{C}$ 并保持 1.5 h，取出自然冷却至室温，将试料移入 250 mL 三角瓶中，用带橡皮头的玻璃棒擦净烧样方船，擦拭过程中分次用约 50 mL 水冲洗玻璃棒和烧样方船。然后加王水（4.9）50 mL，摇匀后于瓶口加一短颈漏斗，在电热板上加热煮沸溶解 1.5 h 以上，中间多次摇动，使试料不粘瓶底且均匀分散，蒸至溶液体积为 15 mL ~ 20 mL。标准物质随同试料同时分析。

7.4.2 按表 2，分解液（7.4.1）不需分取时，直接按步骤（7.5）进行，需分取时，将分解液（7.4.1）用水冲入 250 mL 容量瓶中，将残渣弃去，然后加入王水（4.9）45 mL，用水稀至刻度，摇匀，按表 2 分取于 250 mL 三角瓶中，加入王水（4.10）10 mL，加 20 $^{\circ}\text{C}$ ~ 30 $^{\circ}\text{C}$ 的水至 100 mL，以下按步骤（7.5）进行。

表 2 金液分取量

金量/($\mu\text{g/g}$)	分取体积/mL
≤ 10	—
$> 10 \sim 50$	50.00
$> 50 \sim 100$	25.00

7.5 泡沫塑料吸附分离金

往试料分解液（7.4）中加 20 $^{\circ}\text{C}$ ~ 30 $^{\circ}\text{C}$ 的水至 100 mL，摇起不溶残渣后，加泡沫塑料（4.13）1 块，于振荡机上振荡 30 min。取下，立即用水洗净泡沫塑料，再用盐酸（4.7）洗 2~3 次，挤净水分，将泡沫塑料放入 50 mL 比色管中，用玻璃棒压泡沫塑料至比色管底部。

7.6 硫脲解脱金

往比色管（7.5）中准确加入硫脲溶液（4.12）25 mL，用玻璃棒赶走泡沫塑料中气泡，然后沸水浴 25 min，取下稍冷，压挤泡沫塑料几次，混匀液体后取出泡沫塑料（水浴后 1 h 内取出），静置澄清后仪器测定。

7.7 校准曲线溶液的配制

分取金标准工作溶液（4.15）分别为：0 mL、1.00 mL、2.50 mL、4.00 mL、5.50 mL、7.00 mL、8.50 mL、10.00 mL 金于250 mL三角瓶中，加三氯化铁溶液（4.11）0.5 mL，王水（4.10）15 mL~20 mL，用20 °C~30 °C的水稀至100 mL，以下步骤同7.5~7.6。

7.8 测定

用原子吸收分光光度计，按照仪器工作条件，调整仪器参数至最佳状态。分别测量校准曲线溶液和试料溶液的吸光度值，同时进行空白试验溶液和验证试验溶液的测定。

8 试验数据处理

金量以质量分数 ω (Au) ($\mu\text{g/g}$) 计，按式（1）计算：

$$\omega(\text{Au}) = \frac{m_1 - m_0}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω (Au) ——试料中待测元素金的量，单位为微克每克 ($\mu\text{g/g}$) ；

m_1 ——从校准曲线上得到试料溶液中的金量，单位为微克 (μg) ；

m_0 ——从校准曲线上得到空白溶液中的金量，单位为微克 (μg) ；

m ——试料的质量，单位为克 (g) 。

分析结果按 GB/T 8170 修约，将数值修约到小数点后两位。

9 精密度

精密度数据由 8 个实验室的操作人员对 7 个水平的金矿石样品进行共同试验，每个实验室对每个水平的样品独立测定 3 次。试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析，统计结果见表 3。

表 3 精密度

单位： $\mu\text{g/g}$

元素	水平范围 M	重复性限 r	再现性限 R
Au	0.27~95.82	$r = 0.3053M^{0.7194}$	$R = 0.3222M^{0.7095}$

在重复性条件下，获得的两次独立结果差值的绝对值不大于重复性限 (r)，出现大于重复性限 (r) 的概率不大于 5%，否则见附录 A。

在再现性条件下，获得的两次独立测试结果差值的绝对值不大于再现性限 (R)，出现大于再现性限 (R) 的概率不大于 5%，否则见附录 A。

10 质量保证和控制

10.1 控制方法

每批试料分析时，应同时采用空白试验、重复样分析、标准物质验证等方法进行质量保证和控制。

10.2 控制样品的数量

每批试料分析时，按试样总数随机抽取5%的试样进行重复性密码分析，每批次分析试样数不超过5个时，重复分析数为100%。

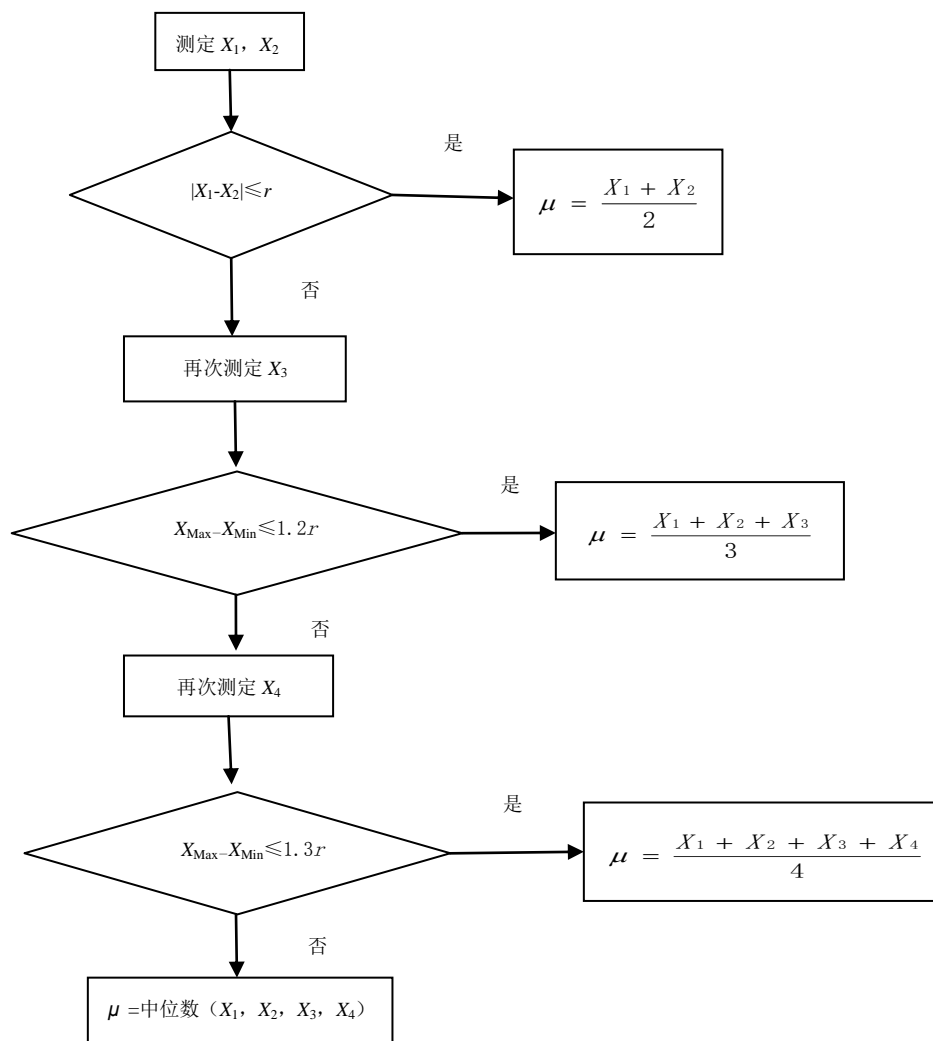
11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 识别样品、实验室和试验日期所需的相关资料；
- b) 授权签字人、审核人识别；
- c) 引用标准；
- d) 结果与其表示；
- e) 测定中发现的异常现象；
- f) 在测定过程中注意到的任何特性和本标准中没有规定的可能对试样和认证标准物质的结果产生影响的任何操作。

附 录 A
(规范性附录)
试样分析值接受程序流程图

试样分析值接受程序流程见图A.1。



μ: 平均值

X₁: 第一次分析值

X₂: 第二次分析值

X₃: 第三次分析值

X₄: 第四次分析值

图A.1 试样分析值接受程序流程图