

中华人民共和国国家标准

合质金化学分析方法
火试金重量法测定金量

GB/T 15249.1—94

Crude Gold—Determination of gold content
—Fire assay gravimetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了合质金中金含量的仲裁分析方法。

本标准适用于合质金(矿金、冶炼粗金产品和回收金等)中金含量的测定。测定范围:30%~99.9%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 术语

3.1 灰吹

高于金属氧化物熔点的氧化熔炼过程。

3.2 分金

将灰吹后的金银合粒,用硝酸把其中的银溶解掉,金被分离出来。

3.3 纯金标样

经中国人民银行批准使用的纯金标样是加工成片状的电解精炼纯金,金含量为99.95%~99.99%,其杂质元素的含量采用国标化学分析方法确定,或采用准确度、精密度与国标相近的化学分析方法确定。然后使用杂质减量法确定金含量。纯金标样的分析和定值由中国人民银行印制总公司委托中国金银冶炼厂负责,由5个协作单位共同完成。

4 方法原理

称取一定重量的被测试的合质金试料,向试料中定量加入银,包于铅箔中在高温熔融状态下进行灰吹,铅及贱金属被氧化与金银分离,金银合粒以硝酸分金后称重,用随同测定的纯金标样校正后计算金量。

5 试剂和材料

5.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

5.2 硝酸(1+1),优级纯。

5.3 硝酸(2+1),优级纯。

5.4 铅箔:纯铅(99.99%),加工成边长约51 mm,厚度约0.1 mm的正方形薄片。

5.5 纯银(99.99%)。

国家技术监督局1994-10-07批准

1995-08-01实施

GB/T 15249.1—94

5.6 纯金标样:金含量为 99.95%~99.99%的片状电解精炼纯金。

6 仪器、器皿

6.1 箱式高温电炉(附温度控制装置)。

6.2 微量分析天平:最大称量 20 g,感量 0.01 mg。

6.3 碾片机:小型,压延厚度可达 0.1 mm。

6.4 灰皿

6.4.1 骨灰皿:用动物骨灰制成,牛羊骨灰最佳。将动物骨骼烧成骨灰后碾成粒度 0.175 mm 以下的骨灰粉,加 10%~15%的水在灰皿机上压制成灰皿,自然干燥后使用。骨灰皿尺寸:直径 30 mm,高度 23 mm,内径 26 mm,凹面深度 10 mm。

6.4.2 氧化镁灰皿:用煅烧镁砂粉(粒度 0.147 mm)与 525 号硅酸盐水泥按 85:15 混合加入少量水压制成型,风干一月后使用。氧化镁灰皿尺寸:直径 40 mm,高度 25 mm,内径 30 mm,凹面深度 15 mm。

6.5 分金篮:用厚度为 0.5 mm~1.0 mm 不锈钢片或铂片制成。

7 分析步骤

7.1 金、银含量的预测定

7.1.1 称取试料 0.5 g 两份,精确到 0.00001 g,其中一份包铝箔,另一份根据估计的含金量加 2~2.5 倍的纯银,然后包铝箔。将两份样品于 $920 \pm 10^\circ\text{C}$ (骨灰皿)或 $960 \pm 10^\circ\text{C}$ (氧化镁灰皿)在高温电炉内同时灰吹。

7.1.2 由未加纯银的样品灰吹后的金银合粒重量计算出样品的金银含量预测值。

7.1.3 将加纯银的样品灰吹后的金银合粒用手锤轻敲两侧,使合粒呈扁圆形,刷去底部附着物,在高温电炉内于 800°C 左右退火 5 min。取出冷却后碾成厚度为 0.15 ± 0.02 mm 的薄片,在高温电炉内于 750°C 退火 3 min,取出冷却后卷成空心卷。

7.1.4 将合金卷放入已加热至 90°C 的硝酸(5.2)中分金 30 min,将硝酸溶液倾泻,再加入经预热的硝酸(5.3),继续加热分金 30 min。

7.1.5 倒去硝酸溶液,用热水洗 5 次,将卷金(或已成碎金)移入瓷坩埚中,烘干后在高温电炉内于 800°C 灼烧 5 min,取出冷却后称量,计算样品的金含量预测值。

7.1.6 根据样品的金银合量(7.1.2)和金含量预测值(7.1.5)计算样品的银含量预测值。

7.2 试料

7.2.1 待测试料

7.2.1.1 根据金、银含量预测值按表 1 称取试料两份分别放入铝箔中,精确到 0.000 01 g。

7.2.1.2 每份试料均准确配入纯银,使其金银比例为 1 比 2.5,按表 1 给出的数字配入铝箔包成球形。

7.2.2 标准试料

按表 1 给出的试料含金量称取纯金标样 4 份,精确到 0.000 01 g,以下操作同 7.2.1.2 条。取 4 份标准试料测定结果的平均值作为测得标准试料金卷质量。

7.3 测定方法、步骤

7.3.1 灰吹

7.3.1.1 将灰皿在高温电炉内于 950°C 左右预热 20 min,然后将待测试料(7.2.1)与标准试料(7.2.2)以合理顺序放入灰皿中,使每个待测试料都能靠近标准试料,关闭炉门。

7.3.1.2 待试料全部熔化后,稍开炉门通风,在 $920 \pm 10^\circ\text{C}$ (骨灰皿)或 $960 \pm 10^\circ\text{C}$ (氧化镁灰皿)进行灰吹。当熔珠表面出现彩色薄膜时,关闭炉门。保持温度 2 min 后关闭电源,当炉温降至 750°C 时取出灰皿冷却。

7.3.2 退火与碾片

GB/T 15249.1—94

7.3.2.1 用镊子将金银合粒从灰皿中取出,用手锤轻敲合粒两侧,使之呈扁圆形,刷去底部附着物,用手锤砸合粒表面至厚度约为 2 mm,放入瓷舟中,在 800℃退火 5 min。

7.3.2.2 将瓷舟取出冷却,将金银合粒碾成厚度为 0.15±0.02 mm 的薄片,于 750℃退火 3 min。

7.3.2.3 将退火后的金银合金薄片取出冷却后卷成空心卷,依次放入分金篮中。

7.3.3 分金

7.3.3.1 第一次分金:将分金篮(7.3.2.3)放入预热至 90~95℃的硝酸(5.2)中分金,分金时间按表 1。取出分金篮,用热水洗涤三次。

7.3.3.2 第二次分金:将水洗后的分金篮放入预热至 110℃的硝酸(5.3)中分金,分金时间按表 1。取出分金篮,用热水洗涤 5~7 次。

7.3.4 灼烧与称量

将金卷从分金篮中取出,依次放入瓷坩锅中在电热板上干燥,然后在高温电炉内于 800℃灼烧 5 min,取出冷却后在微量分析天平上依次称出卷金的质量。

表 1

合质金的金含量, %	试料含金量, g	铅箔量, g	分金次序	分金时间, min
30.0~45.0	0.30	13	1	20
			2	25
45.0~55.0	0.40	13	1	25
			2	30
55.0~99.9	0.50	9~13	1	30
			2	40

8 分析结果的计算与表述

金的百分含量按下式计算:

$$\text{Au}(\%) = \frac{m_1 - (m_3 - m_4 \cdot D)}{m_2} \times 100$$

式中: m_1 ——测得试料金卷质量, g;

m_2 ——试料的质量, g;

m_3 ——测得标准试料金卷质量, g;

m_4 ——标准试料质量, g;

D ——纯金标样金的百分含量。

9 允许差

实验室之间的分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

金 含 量	允 许 差
30.00~50.00	0.05
>50.00~80.00	0.04
>80.00~99.00	0.03
>99.00~99.90	0.02

%

附录 A
纯金标准样品和合质金标准样品
(补充件)

- A1 火试金分析使用中国金银冶炼厂制作的纯金标样,编号:92001。
A2 火试金仲裁分析使用中国金银冶炼厂制作的合质金标样,编号:92002、92003、92004、92005。
-

附加说明:

本标准由中国人民银行印制总公司和国家黄金管理局共同提出。

本标准由中国金银冶炼厂、长春黄金研究所负责起草。

本标准主要起草人王自森、邢桂珍、徐存生、姚继扬。