



# 中华人民共和国国家标准

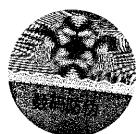
GB/T 15249.1—2009  
代替 GB/T 15249.1—1994

## 合质金化学分析方法 第 1 部分：金量的测定 火试金重量法

Methods for chemical analysis of crude gold—  
Part 1: Determination of gold content—  
Fire assay gravimetric method

2009-05-06 发布

2009-10-01 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

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
合 质 金 化 学 分 析 方 法  
第 1 部 分 : 金 量 的 测 定  
火 试 金 重 量 法  
GB/T 15249.1—2009

\*

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](http://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 0.5 字 数 9 千 字  
2009 年 7 月 第 一 版 2009 年 7 月 第 一 次 印 刷

\*

书 号 : 155066 · 1-37840 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

## 前 言

GB/T 15249《合质金化学分析方法》分为如下 5 个部分：

- 第 1 部分：金量的测定 火试金重量法；
- 第 2 部分：银量的测定 火试金重量法和 EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 4 部分：铅量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 5 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法。

本部分为 GB/T 15249 的第 1 部分。

本部分代替 GB/T 15249.1—1994《合质金化学分析方法 火试金重量法测定金量》。

本部分与 GB/T 15249.1—1994 相比，主要有如下的变动：

- 在“1 范围”中，增加了“当试样中含有影响火试金重量法测量准确性的干扰元素(如铍、钡、铂、铈、钨和钼等)，本部分将不适用”的限定内容；
- 将旧版本试剂和材料 5.6 条款中“纯金标样：金含量为 99.95%~99.99% 的片状电解精炼纯金”更改为“纯金标样：金的质量分数不小于 99.98%”；将旧版本分析步骤 7.1.5 条款中“烘干后在高温电炉内于 800℃灼烧 5 min”更改为“烘干后在箱式高温炉(5.1)内于 800℃灼烧 3 min”；删除旧版本分析步骤 7.2.2 条款中“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”；将旧版本分析步骤 7.3.1.1 条款中“将灰皿在高温电炉内于 950℃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”更改为“将灰皿放入箱式高温炉(5.1)内逐步升温至 950℃左右预热 20 min，然后将待测试料(7.2.1)与标准试料(7.2.2)按顺序交叉放入灰皿中”；将旧版本分析步骤 7.3.4 条款中“然后在高温电炉内于 800℃灼烧 5 min”更改为“然后在箱式高温炉(5.1)内于 800℃灼烧 3 min”；
- 对文本格式进行了修改；增加了“前言”，具体说明 GB/T 15249《合质金化学分析方法》的组成部分和标准修订的背景信息；
- 删除了旧版本中“术语”条款，对“方法原理”条款文字内容重新进行了表述；
- 将旧版本中“引用标准”条款更改为“规范性引用文件”条款，增加了“试样”条款；
- 在“分析结果的计算”条款内重新表述计算公式和结果的单位，并增加了计算结果表示到小数点后的位数内容；
- 删除了旧版本中“允许差”条款；
- 增加了“精密度”条款、“质量保证和控制”条款；
- 删除了旧版本中附录 A。

本部分由中国人民银行提出。

本部分由全国金融标准化技术委员会(SAC/TC 180)归口。

本部分由成都印钞公司负责起草。

本部分由长春黄金研究院、沈阳造币厂、北京矿冶研究总院、上海造币厂、南京造币厂和紫金矿业集团股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人：陈杰、王自森、邢桂珍、徐存生、姚继扬、黄蕊、陈菲菲、赖茂明、王德雨、牟华、张波、夏珍珠、苏菁。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15249.1—1994。

# 合质金化学分析方法

## 第1部分:金量的测定

### 火试金重量法

#### 1 范围

GB/T 15249 的本部分规定了合质金中金量的测定方法。

本部分适用于合质金(矿金、冶炼粗金产品和回收金等)中金量的测定。测定金的质量分数范围:30.00%~99.90%。

当试样中含有影响火试金重量法测量准确性的干扰元素(如铍、钡、铂、铈、钨和钨等),本部分将不适用。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 15249 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 17373 合质金化学分析取样方法

#### 3 方法原理

称取一定量的合质金试料并定量加入适量的银,包于铝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,由金银合金颗粒制成的合金卷经硝酸分金后称量,用随同测定的纯金标样校正后计算试料中金的质量分数。

#### 4 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。

4.1 铝箔:纯铝(质量分数不小于99.99%)加工成边长约51 mm、厚度约0.1 mm的正方形薄片。

4.2 纯银:银的质量分数不小于99.99%。

4.3 纯金标样:金的质量分数不小于99.98%。

4.4 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

4.5 硝酸(1+1)。

4.6 硝酸(2+1)。

#### 5 仪器和器具

5.1 箱式高温炉。

5.2 天平:感量0.01 mg。

5.3 碾片机:小型,压延厚度可达0.1 mm。

5.4 灰皿

5.4.1 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

## GB/T 15249.1—2009

23 mm,内径 26 mm,凹面深度 10 mm。

5.4.2 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,自然风干后使用。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。

5.5 分金篮:用厚度为 0.5 mm~1.0 mm 不锈钢片或铂片制成。

## 6 试样

试样的制备按 GB/T 17373 规定进行。

## 7 分析步骤

### 7.1 金、银量的预测定

7.1.1 称取 0.5 g 试样(6)两份,精确到 0.000 01 g,其中一份包铅箔(4.1),另一份根据估计的含金量加 2~2.5 倍的纯银(4.2),然后包铅箔(4.1)。将两份试料于 920 °C±10 °C(骨灰皿)或 960 °C±10 °C(氧化镁灰皿)在箱式高温炉(5.1)内同时灰吹。

7.1.2 由未加纯银的试料灰吹后的金银合粒质量计算出试料的金银合量预测值。

7.1.3 将加纯银的试料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,在箱式高温炉(5.1)内于 800 °C 左右退火 5 min。取出冷却后在碾片机(5.3)上碾成厚度为 0.15 mm±0.02 mm 的薄片,在箱式高温炉(5.1)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(4.5)中分金 30 min,将硝酸溶液倾泻,再加入经预热的硝酸(4.6),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,烘干后在箱式高温炉(5.1)内于 800 °C 灼烧 3 min,取出冷却后称量,计算试料的金量预测值。

7.1.6 根据试料的金银合量(7.1.2)和金量预测值(7.1.5)计算试料的银量预测值。

### 7.2 试料

#### 7.2.1 待测试料

7.2.1.1 根据金、银量预测值按表 1 称取试样(6)两份分别放入铅箔(4.1)中,精确到 0.000 01 g。

表 1 试料量及分金时间

金的质量分数/%	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

7.2.1.2 每份试料均准确配入纯银(4.2),使其金银比例为 1:2.5,按表 1 给出的铅箔量配入铅箔包成球形。

#### 7.2.2 标准试料

按表 1 给出的试料含金量称取纯金标样(4.3)4 份,精确到 0.000 01 g,以下操作同 7.2.1.2 条款。

### 7.3 灰吹

7.3.1 将灰皿放入箱式高温炉(5.1)内逐步升温至 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)按顺序交叉放入灰皿中,使每个待测试料都能靠近标准试料,关闭炉门。

7.3.2 待试料全部熔化后,稍开炉门通风,在 920 °C±10 °C(骨灰皿)或 960 °C±10 °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 取出灰皿冷却。

#### 7.4 退火与碾片

7.4.1 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,在箱式高温炉(5.1)内于 800 °C 退火 5 min。

7.4.2 取出瓷舟冷却,将金银合粒碾成厚度为 0.15 mm±0.02 mm 的薄片,在箱式高温炉(5.1)内于 750 °C 退火 3 min。

7.4.3 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(5.5)中。

#### 7.5 分金

7.5.1 第一次分金:将装入合金卷的分金篮放入预热至 90 °C~95 °C 的硝酸(4.5)中分金,分金时间按表 1 进行。取出分金篮,用热水洗涤 3 次。

7.5.2 第二次分金:将水洗后的分金篮放入预热至约 110 °C 的硝酸(4.6)中分金,分金时间按表 1 进行。取出分金篮,用热水洗涤 5~7 次。

#### 7.6 灼烧与称量

将金卷从分金篮中取出,依次放入瓷坩埚中在电热板上干燥,然后在箱式高温炉(5.1)内于 800 °C 灼烧 3 min,取出冷却后在天平(5.2)上依次称量金卷的质量。

### 8 分析结果的计算

试料金量以金的质量分数  $w(\text{Au})$  计,数值以 % 表示,按下列步骤计算:

#### 8.1 计算标样金卷分金后增量:

$$\Delta m = m_3 - m_4 \cdot D \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\Delta m$ ——标样金卷分金后增量,单位为克(g);

$m_3$ ——测得标样金卷质量,单位为克(g);

$m_4$ ——称取标样质量,单位为克(g);

$D$ ——标样金的质量分数。

8.2 若标样金卷分金后增量极差值不大于 0.000 15 g 时,计算四份标样金卷分金后增量平均值  $\overline{\Delta m}$ ;否则应重新进行测定。

#### 8.3 计算试料金的质量分数,数值以 % 表示:

$$w(\text{Au}) = \frac{m_1 - \overline{\Delta m}}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\overline{\Delta m}$ ——标样金卷分金后增量平均值,单位为克(g);

$m_1$ ——测得试料金卷质量,单位为克(g);

$m_2$ ——称取试料质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后第三位。

### 9 精密度

#### 9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不大于重复性限( $r$ ),以大于重复性限( $r$ )的情况不超过 5% 为前提,重复性限( $r$ )按表 2 数据采用线性内插法求得。

GB/T 15249.1—2009

表 2 重复性限

金的质量分数/%	30.010	58.009	80.016	98.000	99.880
重复性限( $r$ )/%	0.040	0.030	0.020	0.020	0.015
注: 重复性限( $r$ )为 $2.8S_r$ , $S_r$ 为重复性标准差。					

## 9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不大于再现性限( $R$ ),以大于再现性限( $R$ )的情况不超过 5%为前提,再现性限( $R$ )按表 3 数据采用线性内插法求得。

表 3 再现性限

金的质量分数/%	30.010	58.009	80.016	98.000	99.880
再现性限( $R$ )/%	0.050	0.040	0.030	0.030	0.020
注: 再现性限( $R$ )为 $2.8S_R$ , $S_R$ 为再现性标准差。					

## 10 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。



GB/T 15249.1—2009

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-37840

定价: 14.00 元

打印日期: 2009年10月14日