**ICS** 73.060.99



**CCS D** 46

**中华人民共和国国家标准**

**GB/T** 7739.7—202×

代替**GB/T** 7739.7—2007

金精矿化学分析方法
第7部分：铁量的测定

**Methods for chemical analysis of gold concentrates—
Part** 7**: Determination of iron content**

（征求意见稿）

202×-××-××发布 202×-××-××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

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件为GB/T 7739的第7部分，GB/T 7739《金精矿化学分析方法》已经发布了以下十四个部分：

——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：锑量的测定；

——第11部分：砷量和铋量的测定；

——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、镉、铬、砷和汞量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第14部分：铊量的测定 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。

本文件代替GB/T 7739.7—2007《金精矿化学分析方法 第7部分：铁量的测定》，与GB/T 7739.7—2007相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a） 修改了铁的测定范围（见第1章，2007年版的第1章）；

b） 修改了测定方法，删除了二氯化汞，改为二氯化锡-三氯化钛还原（见7.3，2007年版的5.3.3）；

c） 增加了干扰的消除方式（见7.3）；

d） 修改了计算公式［见公式（1），2007年版的公式（2）］；

e） 删除了“允许差”要求（见2007年版的第7章）；

f） 增加了“重复性”和“再现性”要求（见第10章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国黄金标准化技术委员会（SAC/TC 379）提出并归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——GB/T 7739.7—2007，

——本次为第一次修订。

引言

原矿经过选别作业处理后，其主要成分已在精矿中富集，同时矿石的次要成分或其他伴生金属也得到回收，GB/T 7739《金精矿化学分析方法》旨在帮助黄金工矿企业准确了解金精矿的主要成分及杂质含量，有利于优化选冶工艺控制参数，精准控制药剂消耗、减少杂质元素对冶炼提纯过程的干扰、提高各有价元素的综合回收率，能够为整个黄金行业资源的高效回收利用、可持续绿色健康发展及智慧矿山的建设提供技术支撑。GB/T 7739由十四个部分构成。

——第1部分：金量和银量的测定。目的在于规定金精矿中金量和银量测定的火试金重量法、活性炭富集-火焰原子吸收光谱法和活性炭富集-碘量法及各方法适用的测定范围。

——第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于规定金精矿中银量测定的火焰原子吸收光谱法及适用的测定范围。

——第3部分：砷量的测定。目的在于规定金精矿中砷量测定的二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法和重铬酸钾滴定法及各方法适用的测定范围。

——第4部分：铜量的测定。目的在于规定金精矿中铜量测定的火焰原子吸收光谱法和硫代硫酸钠碘量法及各方法适用的测定范围。

——第5部分：铅量的测定。目的在于规定金精矿中铅量测定的原子吸收光谱法和乙二胺四乙酸二钠滴定法及各方法适用的测定范围。

——第6部分：锌量的测定。目的在于规定金精矿中锌量测定的原子吸收光谱法和乙二胺四乙酸二钠滴定法及各方法适用的测定范围。

——第7部分：铁量的测定。目的在于规定金精矿中铁量测定的重铬酸钾滴定法及适用的测定范围。

——第8部分：硫量的测定。目的在于规定金精矿中硫量测定的硫酸钡重量法和燃烧-酸碱滴定法及各方法适用的测定范围。

——第9部分：碳量的测定。目的在于规定金精矿中碳量测定的乙醇-乙醇胺-氢氧化钾滴定法及适用的测定范围。

——第10部分：锑量的测定。目的在于规定金精矿中锑量测定的硫酸铈滴定法和氢化物发生-原子荧光光谱法及各方法适用的测定范围。

——第11部分：砷量和铋量的测定。目的在于规定金精矿中砷量和铋量测定的氢化物发生-原子荧光光谱法及适用的测定范围。

——第12部分：砷、汞、镉、铅和铋量的测定 原子荧光光谱法。目的在于规定金精矿中砷、汞、镉、铅和铋量测定的氢化物发生-原子荧光光谱法及适用的测定范围。

——第13部分：铅、锌、铋、镉、铬、砷和汞量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于规定金精矿中铅、锌、铋、镉、铬、砷和汞量测定的电感耦合等离子体原子发射光谱法及适用的测定范围。

——第14部分：铊量的测定 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。目的在于规定金精矿中铊量测定的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及各方法适用的测定范围。

金精矿化学分析方法 第7部分：铁量的测定

1 范围

本文件规定了金精矿中铁量的测定方法。

本文件适用于金精矿中铁量的测定。测定范围：1.00%～40.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433界定的术语和定义适用于本文件。

3.1

实验室样品 **laboratory sample**

为送交实验室供检验或测试而制备的样品。

[来源：GB/T 17433—2014，2.3.2.1]

3.2

试样 **test sample**

由实验室样品进一步制得的，可进行称量的样品。

[来源：GB/T 17433—2014，2.3.2.2]

3.3

试料 **test portion**

用以进行检验或观测所称取的一定量的试样。

[来源：GB/T 17433—2014，2.3.2.3]

4 原理

试料用盐酸、硝酸、硫酸溶解，当铜含量大于1 mg时，用氨水-氯化铵沉淀铁与基体铜分离，在盐酸介质中，氯化亚锡还原大部分铁，剩余少量铁由钨酸钠作指示剂以三氯化钛还原。加入硫磷混酸，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

5 试剂或材料

除非另有说明，在试验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。

5.1 氯化铵。

5.2 盐酸（*ρ*=1.19 g/mL）。

5.3 硝酸（*ρ*=1.42 g/mL）。

5.4 硫酸（*ρ*=1.84 g/mL）。

5.5 高氯酸（*ρ*=1.67 g/mL）。

5.6 氢溴酸（*ρ*=1.50 g/mL）。

5.7 氨水（*ρ*=0.88 g/mL）。

5.8 盐酸（1+1）。

5.9 盐酸（5+95）。

5.10 硫酸（1+1）。

5.11 硝硫混酸（7+3）：将30 mL硫酸（5.4）缓慢注入70 mL硝酸（5.3）中，并不断搅拌混匀。

5.12 硫磷混酸：将150 mL硫酸（5.4）缓慢注入700 mL水中并不断搅拌混合，冷却至室温，加入150 mL磷酸（*ρ*=1.69 g/mL），混匀。

5.13 氨水洗液：用水稀释10 mL氨水（5.7）至100 mL。

5.14 氯化亚锡溶液（60 g/L）：称取6 g氯化亚锡溶于20 mL热盐酸（5.2）中，用水稀释至100 mL，混匀，用时现配。

5.15 三氯化钛溶液（1+14）：移取2 mL三氯化钛溶液（市售），加入5 mL盐酸（5.2），用水稀释至30 mL，用时现配。

5.16 稀重铬酸钾溶液（将5.18稀释5倍）。

5.17 钨酸钠溶液（250 g/L）：称取25 g钨酸钠溶于适量水中，加入5 mL磷酸（*ρ*=1.69 g/mL），用水稀释至100 mL。

5.18 重铬酸钾标准溶液[*c*=0.006 666 mol/L]：准确称取1.961 2 g基准重铬酸钾（预先在150 ℃烘干1 h，置于干燥器中冷至室温），至250 mL烧杯中，加少量水溶解后移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.19 二苯胺磺酸钠（5 g/L）。

6 仪器设备

6.1 烧杯，400 mL。

6.2 表面皿，90 mm。

6.3 电热板,最高温度为350 ℃以上。

6.4 漏斗。

6.5 酸式滴定管。

7 样品

7.1 试样

7.1.1 试样粒度不大于0.074 mm。

7.1.2 试样应在100 ℃～105 ℃烘干1 h后，置于干燥器中冷却至室温。

7.2 试料

根据试样中铁的含量，按表1称取试料，精确至0.000 1 g。

表1 试料质量

|  |  |
| --- | --- |
| 铁的质量分数% | 试料质量g |
| 1.00～10.00 | 0.50 |
| ＞10.00～20.00 | 0.30 |
| ＞20.00～40.00 | 0.20 |

8 试验步骤

8.1 空白试验

随同试料做空白试验，空白还原时不加氯化亚锡，加水至100 mL，冷却至室温后，直接按滴定步骤（8.3.8，b）滴至稳定的蓝色为终点，记下滴定体积。

8.2 测定次数

独立进行两次测定，结果取其平均值。

8.3 测定

8.3.1 将7.2所得试料置于400 mL烧杯中，加入10 mL盐酸（5.2），盖上表面皿，于电热板不沸腾状态加热溶解5 min，加入5 mL硝酸（5.3）和10 mL硫酸（5.10），加热蒸至近干。

若试料中含碳量高，待试料刚产生白烟后，取下稍冷，加入1 mL硝硫混酸（5.11），继续加热至产生白烟，反复处理至试料无黑色残渣为止，蒸至近干。

8.3.2 若试料中铜含量＜1 mg且锑含量＜1 mg时，加入10 mL盐酸（5.2），同时用蒸馏水吹洗表面皿和杯壁至30 mL左右，于电热板不沸腾状态加热至盐类溶解，按步骤8.3.8测定。

8.3.3 若试料中铜含量＜1 mg且锑含量＞1 mg时，先按步骤8.3.6消除锑后，加入10 mL盐酸（5.2），同时用蒸馏水吹洗表面皿和杯壁至30 mL左右，于电热板不沸腾状态加热至盐类溶解，再按步骤8.3.8测定。

8.3.4 若试料中铜含量＞1 mg且锑含量＜1 mg时，按步骤8.3.7操作。

8.3.5 若试料中铜含量＞1 mg且锑含量＞1 mg时，先按步骤8.3.6消除锑后，再按步骤8.3.7进行操作。

8.3.6 锑高操作步骤：按8.3.1步骤加入硝酸（5.3）后，加入3 mL高氯酸（5.5）和10 mL硫酸（5.10），加热至刚产生白烟，取下稍冷，加入10 mL氢溴酸（5.6），继续加热至刚产生白烟并且氢溴酸棕色黄烟消失，取下稍冷，再次加入10 mL氢溴酸（5.6），继续加热至刚产生白烟并且氢溴酸棕色黄烟消失，蒸干。

8.3.7 铜高操作步骤：加入50 mL盐酸（5.9），加入3 g~4 g氯化铵（5.1），盖上表面皿，于电热板不沸腾状态加热至盐类溶解。取下，边搅拌小心加入氨水（5.7）中和氢氧化铜沉淀溶解完全再过量10 mL，煮沸保温5 min。用定量快速滤纸过滤，热氨水洗液（5.13）洗涤烧杯3次,洗沉淀和滤纸至无铜的蓝色，用热水洗涤烧杯及沉淀各2次。将原烧杯置于漏斗下，用10 mL热盐酸（5.8）将氢氧化铁沉淀溶解于原烧杯中，用少量热盐酸（5.9）冲洗滤纸至无黄色，于电热板上不沸腾状态加热至氢氧化铁沉淀完全溶解。

8.3.8 滴定部分：

a） 趁热滴加氯化亚锡溶液（5.14）至浅黄色，加水至100 mL左右，冷却至室温；

b） 加2滴钨酸钠溶液（5.17），用三氯化钛溶液（5.15）滴至刚呈蓝色，再滴加稀重铬酸钾溶液（5.16）搅拌至无色，立即加入15 mL硫磷混酸（5.12）和5滴二苯胺磺酸钠溶液（5.19），立即用重铬酸钾标准滴定溶液（5.18）滴定至稳定的紫色为终点，记下滴定体积。

9 试验数据处理

按式（1）计算铁的质量分数*ω*Fe：

$ω\_{Fe}=\frac{6c·\left（V\_{1}-V\_{0}\right）·M}{m\_{0}·1 000}×100$…………………………………（1）

式中：

*ω*Fe ——铁的质量分数，用百分数（%）表示；

*c*——重铬酸钾标准滴定溶液的物质的量浓度，单位为升每摩尔（mol/L）；

*V*1 ——滴定试料溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*0 ——滴定空白溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*M*——铁的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），[*M*Fe=55.85 g/mol]；

*m*0 ——试料的质量，单位为克（g）。

试验结果表示至小数点后两位。

10 精密度

10.1 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超过重复性限（*r*），超出重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表2数据采用线性内插法求得。

表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Fe/％ | 0.74 | 2.81 | 6.35 | 13.35 | 17.17 | 33.91 | 40.59 |
| *r*/％ | 0.05 | 0.11 | 0.16 | 0.22 | 0.24 | 0.31 | 0.33 |

10.2 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超过再现性限（*R*），超出再现性限（*R*）的情况不超过5%，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

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Fe/％ | 0.74 | 2.81 | 6.35 | 13.35 | 17.17 | 33.91 | 40.59 |
| *R*/％ | 0.10 | 0.15 | 0.20 | 0.28 | 0.31 | 0.41 | 0.45 |

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试样，

——使用的文件GB/T 7739.7—202×，

——试验结果及其表示，

——与基本试验步骤的差异，

——试验中观察到的异常现象，

——试验日期。