**ICS** 77.150.01

**CCS D** 46

**中华人民共和国黄金行业标准**

**YS/T** ××××—20××

含氯金物料中金量的测定

**Determination of gold content in chlorinated gold materials**

（征求意见稿）

20××-××-××发布 20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部发 布

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。

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。

本文件由中国黄金协会提出。

本文件由全国黄金标准化技术委员会（SAC/TC 379）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

含氯金物料中金量的测定

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有的安全问题，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

本文件规定了含氯金物料中金量的测定方法。

本文件适用于含氯金物料中金量的测定，测定范围：0.30 g/t～1 500.0 g/t。

本文件不适用于含铂族元素的含氯金物料中金量的测定。

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

含氯金物料 **chlorinated gold materials**

为氯化焙烧工艺中间产物。

3.2

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]

3.3

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]

3.4

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

试料经配料、熔融，获得适当质量的含有贵金属的铅扣与易碎性的熔渣。为了回收渣中残留的金，对熔渣进行再次试金。通过灰吹使金、银与铅扣分离，得到金银合粒，合粒经硝酸分金后，用重量法测定金量。

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相当纯度的水。

5.1 碳酸钠：工业纯，粉状。

5.2 氧化铅：工业纯，粉状，金量＜0.02 g/t，银量＜0.5 g/t。

5.3 硼砂：工业纯，粉状。

5.4 玻璃粉：粒度≤0.18 mm。

5.5 二氧化硅：工业纯，粉状。

5.6 纯银（*ω*Ag≥99.99％）。

5.7 覆盖剂（2+1）：两份碳酸钠（5.1）与一份硼砂（5.3）混匀。

5.8 面粉。

5.9 铅箔（*ω*Pb≥99.99％）：厚度约0.1 mm，金量＜0.02 g/t，银量＜0.5 g/t。

5.10 硝酸（*ρ*=1.42 g/mL）。

5.11 硝酸（1+7）。

5.12 硝酸（1+2）。

5.13 冰乙酸（*ρ*=1.05 g/mL）。

5.14 乙酸（1+3）。

5.15 硝酸银溶液（10 g/L）：称取5.000 g纯银（5.6），置于300 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（5.12），低温加热至完全溶解，冷却至室温，移入500 mL容量瓶中，用硝酸溶液（5.12）洗涤烧杯，洗液合并入容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

注：此溶液1 mL含10 mg银。

6 仪器设备

6.1 试金坩埚：材质为耐火黏土。容积约为300 mL或保证放置试料深度不超过坩埚深度的3/4。

6.2 镁砂灰皿：水泥（标号425）、镁砂（＜0.18 mm）与水按质量比（15∶85∶10）搅拌均匀，在灰皿机上压制成型，有效容积不小于5 mL，阴干3个月后备用。

6.3 比色管：25 mL。

6.4 天平：感量0.01 g。

6.5 天平：感量不大于0.001 mg。

6.6 熔融电炉：最高加热温度不低于1 200 ℃。

6.7 灰吹电炉：最高加热温度不低于1 000 ℃。

6.8 粉碎机。

6.9 铸铁模。

7 样品

7.1 试样

7.1.1 试样粒度应不大于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。

7.1.3 试样应采用耐腐蚀性包装袋装载。

7.2 试料

根据各种类型含金物料的组分和还原力，计算试料称取量和试剂的加入量。称取试料10 g～30 g，精确至0.O1 g。

8 试验步骤

8.1 空白试验

随同试料做空白试验，平行测定三份；或按批次抽样进行空白试验，测定结果不少于10次。

结果取其平均值。

方法：称取200 g氧化铅（5.2）、40 g碳酸钠（5.1）、10 g硼砂（5.3）、40 g玻璃粉（5.4）、4 g面粉（5.8），以下按8.3、8.5、8.6、8.7进行，测定金量。

8.2 配料

8.2.1 根据试样的化学组分、还原力及称取试料质量，按下列方法计算试剂加入量。

a） 碳酸钠（5.1）加入量：为7.2所得试料量的1.5倍～2.5倍，不低于30 g。

b） 氧化铅（5.2）加入量：80 g。如试样中含铜较高时，氧化铅加入量除需要生成40 g铅扣的氧化铅外，还应补加30倍～50倍铜量的氧化铅。

c） 二氧化硅（5.5）加入量：为在熔融过程中生成的金属氧化物，以及加入的碱性溶剂，在1.0～1.5硅酸度时，所需的二氧化硅总量减去称取试料中含有的二氧化硅量之后的三分之二。

d） 玻璃粉（5.4）加入量：按1 g二氧化硅（5.5）相当于2.5 g玻璃粉（5.4）计算出玻璃粉（5.4）加入量。

e） 硼砂（5.3）加入量：按所需补加二氧化硅（5.5）量的三分之一，除以0.39计算，但不应低于7 g。

f） 面粉（5.8）的加入量：4 g。如样品含碳及硫应适当减少加入量。

二氧化硅（5.5）和玻璃粉（5.4）可任选其一。

8.2.2 将试料及上述配料置于试金坩埚（6.1）中，搅拌均匀后，根据金的预估含量，按照金银比不大于1∶5的比例，补加相当银量的硝酸银溶液（5.15），覆盖约10 mm厚的覆盖剂（5.7）。

8.3 熔融

8.3.1 将坩埚置于炉温为800 ℃的熔融电炉（6.6）内，关闭炉门，经35 min～40 min匀速升温至1 150 ℃，保温5 min～10 min，出炉。

8.3.2 将坩埚平稳地旋动数次，并在铁板上轻轻敲击2下～3下，使附着在坩埚壁上的铅珠下沉，然后将熔融物小心地全部倒入预热的铸铁模中。

8.3.3 冷却后，把铅扣与熔渣分离，将铅扣锤成立方体并称量（应为30 g～50 g）。收集熔渣，保留铅扣。

8.4 二次试金

将熔渣粉碎后（粒度≤0.18 mm），按面粉法配料，进行二次试金。

方法：将熔渣（全量）、30 g碳酸钠（5.1）、40 g氧化铅（5.2）、10 g硼砂（5.3）、5 g玻璃粉（5.4）、3.0 g面粉（5.8）置于原坩埚中，搅拌均匀后，覆盖约10 mm厚的覆盖剂（5.7），以下按8.3进行，弃去熔渣，保留铅扣。

8.5 灰吹

8.5.1 将二次试金铅扣放入已在950 ℃灰吹电炉（6.7）中预热20 min后的镁砂灰皿（6.2）中，关闭炉门1 min～2 min，待熔铅脱膜后，半开炉门，并控制温度900 ℃灰吹至剩2 g左右，取出镁砂灰皿（6.2）冷却后，将剩余铅扣与一次试金铅扣同时放入已预热过的镁砂灰皿（6.2）中。

8.5.2 按上述操作再次进行灰吹，控制灰吹温度900 ℃，待出现闪光后，将镁砂灰皿（6.2）移至炉门口放置1 min，取出冷却。

8.5.3 当灰吹后的金银合粒表面不圆或含有杂质时，应将合粒用3 g～5 g铅箔（5.9）包好，重新灰吹。

8.6 合粒处理

8.6.1 用小镊子将合粒从镁砂灰皿（6.2）中取出，刷去粘附杂质，置于30 mL瓷坩埚中，加入10 mL乙酸（5.14），置于低温电热板上，保持近沸，并蒸至约5 mL，取下冷却，倾出液体，用热水洗涤三次，放在电炉上烘干，取下冷却。

8.6.2 将合粒在小钢砧上锤成0.2 mm～0.3 mm薄片。如果合粒中金与银比值小于五分之一时，可直接分金；大于五分之一应先补纯银（5.6），再锤制。

补银方法：采用灰吹法，把合粒和需补的纯银（5.6）用3 g～5 g铅箔（5.9）包好，重新灰吹。

8.7 分金

8.7.1 将金银薄片放入分金试管中，并加入10 mL硝酸（5.11），把分金试管置入沸水中加热。

8.7.2 待合粒与酸反应停止后，取出分金试管，倾出酸液。

8.7.3 加入1O mL微沸的硝酸（5.12），再于沸水中加热30 min。

8.7.4 取出分金试管，倾出酸液，用蒸馏水洗净金粒后，移入坩埚中，在600 ℃高温炉中灼烧2 min～3 min，冷却后，将金粒放在天平（6.5）上称量。

8.7.5 金粒颜色异常时应溶解金粒，采用其他方法测定金的含量，如容量法或火焰原子吸收光谱法。

9 试验数据处理

按式（1）计算金的质量分数：

（1）

式中：

*ω*Au ——金的质量分数，单位为克每吨（g/t）；

*m*1 ——金粒质量，单位为毫克（mg）；

*m*2 ——试验时所用氧化铅总量中含金的质量，单位为毫克（mg）；

*m*0 ——试料的质量，单位为克（g）。

试验结果表示至小数点后一位：当分析结果小于10.0 g/t时，结果保留至小数点后两位。

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*），超过重复性限（*r*）的情况不超过5%，重复性限（*r*）按表1数据采用线性内插法求得。金的含量高于最高水平，重复性限按外延法求得。

表1 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Au/（g/t） | 0.62 | 7.37 | 43.2 | 147.6 | 420.4 | 1 092.9 |
| *r*/（g/t） | 0.15 | 0.49 | 1.7 | 3.1 | 7.9 | 16.5 |

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*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表2数据采用线性内插法求得。金的含量高于最高水平，再现性限按外延法求得。

表2 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Au/（g/t） | 0.62 | 7.37 | 43.2 | 147.6 | 420.4 | 1 092.9 |
| *R*/（g/t） | 0.20 | 0.87 | 2.6 | 4.3 | 11.8 | 29.9 |

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象，

——使用的文件YS/T ××××-202×，

——测试结果及其表示，

——与基本试验步骤的差异，

——测定中观察到的异常现象，

——试验日期。