**ICS** 77.120.01

**CCS D** 46

团体标准

**T/CGA** XXXX—202X

黄金行业氰渣化学分析方法
硫氰酸盐的测定 分光光度法

**Method for chemical analysis of cyanide leaching residue
in gold industry—Determination of thiocyanate—
Spectrophotometry method**

（征求意见稿）

20XX-XX-XX发布 20XX-XX-XX实施

**中国黄金协会** 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：长春黄金研究院有限公司、长春国检（济源）检测科技有限公司、深圳市金质金银珠宝检验研究中心有限公司、辽宁天利金业有限责任公司、辽宁排山楼黄金矿业有限责任公司、山东黄金冶炼有限公司。

本文件主要起草人：陈永红、王菊、李哲浩、葛仲义、张灵芝、贾国宁、迟崇哲、钟英楠、穆岩、杜媛媛、苑兴伟、姜志佳、封玉新、周发军。

黄金行业氰渣化学分析方法 硫氰酸盐的测定 分光光度法

1 范围

本文件规定了黄金行业氰渣中所含硫氰酸盐的测定方法。

本文件适用于黄金行业氰渣中所含硫氰酸盐的测定。本文件测定范围，称样量为1 g、比色取样量为40 mL时，硫氰酸盐的检出限为17.6 mg/kg、测定下限为70.4 mg/kg。

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—2014 冶金产品化学分析基础术语

HJ 943—2018 黄金行业氰渣污染控制技术规范

3 术语和定义

下列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]

3.4

氰渣 **cyanide leaching residue**

含金物料经氰化浸出、固液分离后获得的固体物料。包括金矿石氰化尾渣、金精矿氰化尾渣、堆浸氰化尾渣。

[HJ 943—2018，3.1]

4 原理

试料经氢氧化钠溶液浸取，分离残渣，调节滤液酸度使pH在1～2之间，硫氰酸盐与加入的三价铁离子作用，生成棕红色的络合物，在460 nm波长测定其吸光度值，在一定浓度范围，其吸光度与硫氰酸盐浓度成正比。

5 试剂或材料

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。

5.1 氢氧化钠。

5.2 硫酸锌。

5.3 硫酸亚铁。

5.4 乙醇（*φ*≥95）。

5.5 盐酸（*ρ*=1.19 g/mL）。

5.6 硝酸（*ρ=*1.42 g/mL）。

5.7 盐酸（1+1）。

5.8 硝酸（1+2）。

5.9 氢氧化钠溶液（8 g/L）。

5.10 氯化铁溶液（100 g/L）：称取100 g氯化铁于250 mL烧杯中，加入100 mL盐酸（5.5）溶解，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.11 硝酸银标准溶液（0.020 0 mol/L）：称取3.397 5 g基准硝酸银溶于水，定容到1 000 mL，储存到棕色试剂瓶中。

5.12 硫氰酸盐标准储存溶液（1 000 μg/mL）。

a） 配置。称取1.673 0 g硫氰酸钾，置于250 mL烧杯中，加入100 mL水，摇动至完全溶解，移入1 000 mL棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

b） 标定。移取20.00 mL硝酸银标准溶液（5.11）到250 mL锥形瓶中，依次加入5 mL硝酸（5.8）和2 mL硫酸铁铵溶液（5.14），在摇动下以硫氰酸盐标准储存溶液进行滴定，当接近终点时，充分摇动溶液至清亮后，继续滴定至溶液呈浅红色保持30 s不褪色即为滴定终点。随同标定做空白试验。

按式（1）计算硫氰酸盐标准储存溶液的实际浓度：

 …………………………………………（1）

式中：

*ρ*1——硫氰酸盐标准储存溶液中的硫氰酸盐质量浓度，单位为克每毫升（mg/L）；

*c* ——硝酸银标准溶液中硝酸银的物质的量浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V* ——移取硝酸银标准溶液体积，单位为毫升（mL）；

*M* ——硫氰根离子（SCN-）摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），[*M*（SCN）=58.08]；

*V*1——滴定时消耗硫氰酸盐标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V*0 ——空白溶液消耗的硫氰酸盐标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

5.13 硫氰酸盐标准溶液（100 mg/L）：按照式（2）计算出配置100 mL硫氰酸盐标准溶液所需的硫氰酸盐标准贮备溶液的体积。

 …………………………………………（2）

式中：

*V*2 ——配置100 mg/L硫氰酸盐标准使用溶液时移取的硫氰酸盐标准贮备溶液的体积，单位为毫升（mL）；

100 ——预配置硫氰酸盐标准溶液中的硫氰酸盐质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

100 ——配置硫氰酸盐标准溶液时的定容体积，单位为毫升（mL）；

*ρ*1 ——硫氰酸盐标准储存溶液中的硫氰酸盐质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）。

5.14 硫酸铁铵指示剂（100 g/L）：称取5 g硫酸铁铵，置于250 mL烧杯中，加入适量水使其成为饱和溶液，滴加硝酸（5.6）至褐色消失，用水稀释至50 mL。

5.15 酚酞（10 g/L）：称取1 g酚酞溶于100 mL乙醇（5.4）中。

6 仪器设备

除非另有说明，分析时均使用符合国家标准的A级玻璃量器。

6.1 可见分光光度计，配厚度10 mm的比色皿。

6.2 分析天平，精度0.1 mg。

6.3 超声波清洗机。

6.4 棕色具塞比色管，容量50 mL。

6.5 一般实验室常用仪器和设备。

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

称取1.00 g试样，精确至0.000 1 g。

独立进行两次测定，结果取其平均值。

8 试验步骤

8.1 空白试验

随同试液做空白试验，平行测定两份，结果取其平均值。

8.2 测定

8.2.1 将由7.2所得试料置于250 mL烧杯中，加入50 mL氢氧化钠溶液（5.9），盖上表面皿，超声提取5 min，取下，置于电热板上，于180 ℃加热1 h，每隔10 min摇匀一次。取下冷却至室温，转移至100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，静置澄清。

8.2.2 用定量滤纸将试液干过滤至100 mL烧杯中，弃去初滤液，按8.2.3进行操作。若过滤后仍浑浊或有色度，移取50 mL试液滴加盐酸（5.7）至pH在2～6间，加入0.1 g硫酸亚铁（5.3），用氢氧化钠（5.9）调节至pH在7～9间，加入0.1 g硫酸锌（5.2），将试液置于电热板上加热煮沸10 min，取下，冷却，转移至50 mL容量瓶，以水稀释至刻度，混匀，静置澄清或干过滤。

8.2.3 移取8.2.2所得试液40 mL于50 mL棕色比色管中，若试液中硫氰酸盐含量高可适当少取或稀释后分取，加入1滴酚酞（5.15），滴加盐酸（5.7）至酚酞褪色后过量0.5 mL，以水稀释至刻度，混匀。加入1 mL乙醇（5.4），3 mL氯化铁溶液（5.10），混匀，于暗处静置15 min。

8.2.4 在460 nm波长处，用10 mm比色皿，以水为参比，测定吸光度，根据试液中硫氰酸盐的含量在8.3对应标准曲线上查得相应的硫氰酸盐质量浓度。

8.3 标准曲线的绘制

8.3.1 标准曲线I：移取0.00 mL、0.10 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL硫氰酸盐标准溶液（5.13），分别置于一组50 mL棕色比色管中，加入2滴盐酸（5.7），以水稀释至刻度，混匀，加入1 mL乙醇（5.4），3 mL氯化铁溶液（5.10），混匀，于暗处静置15 min。与试液相同条件下测量吸光度，以硫氰酸盐浓度为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

8.3.2 标准曲线II：移取0.00 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL硫氰酸盐标准溶液（5.13），分别置于一组50 mL棕色比色管中，加入2滴盐酸（5.7），以水稀释至刻度，混匀加入1 mL乙醇（5.4），3 mL氯化铁溶液（5.10），混匀，于暗处静置15 min。与试液相同条件下测量吸光度，以硫氰酸盐浓度为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

9 试验数据处理

按式（3）计算氰渣中硫氰酸盐的含量：

 （3）

式中：

*ω*SCN——氰渣中硫氰酸盐的质量分数，单位为毫克每千克（mg/kg）；

*c*1 ——自标准曲线上查得试液中硫氰酸盐的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*c*0 ——自标准曲线上查得空白试液中硫氰酸盐的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

*V*1——试液的定容体积，单位为毫升（mL）；

*V*3 ——比色时定容体积，单位为毫升（mL）；

*m* ——样品的质量，单位为克（g）；

*V*2 ——比色时分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留三位有效数字。

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。

表1 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*SCN/（mg/kg） | 68.8 | 164 | 240 | 600 | 1 220 | 2 492 |
| *r*/（mg/kg） | 7.6 | 13 | 20 | 31 | 67 | 104 |

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。

表2 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*SCN/（mg/kg） | 68.8 | 164 | 240 | 600 | 1 220 | 2 492 |
| *R*/（mg/kg） | 8.4 | 14 | 20 | 42 | 77 | 120 |

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，

——所使用的标准T/CGA ××××—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。