



中华人民共和国国家标准

GB/T 20899.10—202×

代替 GB/T 20899.10—2007

金矿石化学分析方法 第10部分：锑量的测定

Methods for chemical analysis of gold ores—

Part 10: Determination of antimony content

(征求意见稿)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

目 次

前言	III
引言	V
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法 1：火焰原子吸收光谱法	1
4.1 原理	1
4.2 试剂或材料	1
4.3 仪器设备	2
4.4 样品	2
4.5 试验步骤	2
4.6 试验数据处理	3
4.7 精密度	3
4.8 试验报告	4
5 方法 2：硫酸铯滴定法	4
5.1 原理	4
5.2 试剂或材料	4
5.3 仪器设备	5
5.4 样品	5
5.5 试验步骤	5
5.6 试验数据处理	6
5.7 精密度	6
5.8 试验报告	7

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 20899.10《金矿石化学分析方法》的第10部分，GB/T 20899 已经发布了以下14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：铋量的测定；
- 第12部分：砷、汞、镉、铅和铊量的测定 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；
- 第15部分：铜、铅、锌、银、铁、锰、镍、钴、铝、铬、镉、铋、砷、汞、硒、钡和铍含量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本文件代替 GB/T 20899.10—2007《金矿石化学分析方法 第10部分：铋量的测定》，与 GB/T 20899.10—2007 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下。

- a) 更改了测定范围（见第1章，2007年版的第1章）；
- b) 修改了测定方法“氢化物发生-原子荧光光谱法”为“原子吸收光谱法”（见第4章，2007年版的第3章）；
- c) 更改了称样质量（见5.4.2，2007年版的2.4.1）；
- d) 更改了所加滤纸的面积（见5.5.3.2，2007年版的2.4.3.1）；
- e) 更改了加酸方式（见5.5.3.3，2007年版的2.4.3.2）；
- f) 增加了干扰元素的消除方法（见5.5.3.5）；
- g) 删除了“允许差”要求（见2007年版的2.6）；
- h) 增加了“重复性”和“再现性”要求（见5.7）。

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：长春黄金研究院有限公司、烟台哈尔滨工程大学研究院、深圳市金质金银珠宝检验研究中心有限公司、山东黄金地质矿产勘查有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、国投金城冶金有限责任公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、烟台市金奥环保科技有限公司、长春国检（济源）检测科技有限公司、长春黄金研究院烟台贵金属材料研究所有限公司、湖南辰州矿业股份有限公司、河南黄金产业技术研究院有限公司。

GB/T 20899.10—202X

本文件参与起草人：芦新根、张越、刘立佳、韩冰冰、张海龙、苏广东、洪博、张雨、周旭亮、邹小芬、马润、王雷、王志强、穆岩、孙铭旋、孙振、刘鹏、马也。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——GB/T 20899.10—2007；

——本次为第一次修订。

黄金标委会归口国家标准修订征求意见稿

引 言

原矿经过选别作业处理后，其主要成分已在矿石中富集，同时矿石的次要成分或其他伴生金属也得到回收，GB/T 20899《金矿石化学分析方法》旨在帮助黄金工矿企业准确了解金矿石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 20899 拟由 14 个部分构成。

- 第 1 部分：金量的测定。目的在于规定金矿石中金量测定的火试金重量法、火试金富集-火焰原子吸收光谱法、活性炭富集-火焰原子吸收光谱法、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。目的在于规定金矿石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。目的在于规定金矿石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。目的在于规定金矿石中铜量测定的火焰原子吸收光谱法和硫代硫酸钠滴定法及各方法适用的测定范围。
- 第 5 部分：铅量的测定。目的在于规定金矿石中铅量测定的火焰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。目的在于规定金矿石中锌量测定的火焰原子吸收光谱法及适用的测定范围。
- 第 7 部分：铁量的测定。目的在于规定金矿石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。目的在于规定金矿石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。目的在于规定金矿石中碳量测定的非水滴定法和高频燃烧红外吸收法及适用的测定范围。
- 第 10 部分：铋量的测定。目的在于规定金矿石中铋量测定的火焰原子吸收光谱法和硫酸铋滴定法及各方法适用的测定范围。
- 第 12 部分：砷、汞、镉、铅和铊量的测定 原子荧光光谱法。目的在于规定金矿石中砷、汞、镉、铅和铊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。目的在于规定金矿石中铅、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。目的在于规定金矿石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。
- 第 15 部分：铜、铅、锌、银、铁、锰、镍、钴、铝、铬、镉、铋、砷、汞、硒、钡和铍量的测定 电感耦合等离子体质谱法。目的在于规定金矿石中铜、铅、锌、银、铁、锰、镍、钴、铝、铬、镉、铋、砷、汞、硒、钡和铍量测定的电感耦合等离子体质谱法及适用的测定范围。

金矿石化学分析方法 第10部分：铈量的测定

1 范围

本文件规定了金矿石中铈量的测定方法。

本文件适用于金矿石中铈量的测定。方法1 火焰原子吸收光谱法测定范围：0.050%~5.00%；方法2 硫酸铈滴定法测定范围：2.00%~10.00%。

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。

4 方法1：火焰原子吸收光谱法

4.1 原理

试料经硝酸和硫酸分解，用酒石酸和盐酸提取，在盐酸介质中于火焰原子吸收光谱仪波长217.6 nm处，以空气-乙炔火焰测量铈的吸光度值，按工作曲线法计算铈量。

4.2 试剂或材料

除非另有说明，在试验中应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。

4.2.1 盐酸， $\rho=1.19$ g/mL。

4.2.2 硝酸， $\rho=1.42$ g/mL。

4.2.3 硫酸， $\rho=1.84$ g/mL。

4.2.4 盐酸，(1+1)。

4.2.5 硫酸，(1+3)。

4.2.6 酒石酸溶液， $\rho=100$ g/L：称取100 g酒石酸固体于玻璃烧杯中，加水至600 mL，加热溶解至澄清，冷却，用水定容至1 000 mL容量瓶中待用。

4.2.7 盐酸-酒石酸溶液：将5.00 g酒石酸溶于500 mL水中，加入50 mL盐酸(4.2.1)，用水稀释至1 000 mL。

4.2.8 铈标准贮存溶液：称取0.500 0 g金属铈($w\geq 99.99\%$)于250 mL烧杯中，加入20 mL硫酸(4.2.3)，盖上表皿，加热至完全溶解，取下冷却，趁热加入40 mL硫酸(4.2.5)，摇匀，微热溶解盐类，冷却至室温，用硫酸(4.2.5)将溶液转移至500 mL容量瓶中，并用水稀释至刻度，混匀。

GB/T 20899.10—202X

注：此溶液 1 mL 含有 1 mg 铈。

4.2.9 铈标准溶液， $\rho=200\ \mu\text{g}/\text{mL}$ ：移取 10.00 mL 铈标准贮存溶液（4.2.8），于 50 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸（4.2.1），用去离子水稀释至刻度，混匀。

注：此溶液 1 mL 含有 200 μg 铈。

4.3 仪器设备

4.3.1 原子吸收光谱仪，附铈空心阴极灯。在仪器最佳条件下，凡能满足下列指标的原子吸收光谱仪均可使用：

——灵敏度：在与测量溶液基体相一致的溶液中，铈的特征浓度应不大于 0.30 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；

——精密度：用最高浓度的铈标准溶液测量 11 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%，用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度溶液）测量 11 次吸光度，其标准偏差不得超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%；

——工作曲线特性：线性相关系数不低于 0.999，将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.8。

4.3.2 电子天平：分度值 0.000 1 g。

4.4 样品

4.4.1 试样

4.4.1.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

4.4.1.2 试样在 100 °C~105 °C 烘 1 h 后，置于干燥器中冷至室温。

4.4.2 试料

根据试样中铈的含量，按表 1 称取试料，精确至 0.000 1 g。

4.5 试验步骤

4.5.1 空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

4.5.3 测定

4.5.3.1 将试料（4.4.2）置于 250 mL 烧杯中，用少量水润湿，加入 5 mL 硫酸（4.2.3），加热至冒硫酸白烟，取下冷却。

4.5.3.2 加入 10 mL 硝酸（4.2.2），继续加热至冒三氧化硫白烟，中间摇动几次烧杯，蒸发至约 1 mL，取下冷却。

4.5.3.3 加入 5 mL 酒石酸溶液（4.2.6）与 20 mL 盐酸（4.2.4），用少量盐酸-酒石酸溶液（4.2.7）吹洗表面皿及杯壁，加热微沸至盐类溶解，取下冷却至室温。将试液移入到 100 mL 容量瓶中，用盐酸-酒石酸溶液（4.2.7）稀释至刻度，混匀。

4.5.3.4 按表 1 分取试液体积，并移入到 100 mL 容量瓶中，用盐酸-酒石酸溶液（4.2.7）稀释至刻度，混匀。

表 1 试料称取量及试液分取体积

锑质量分数 %	试料量 g	分取试液体积 mL	补加盐酸 (4.2.4) 的体积 mL	补加酒石酸溶液 (4.2.6) 的体积 mL
0.050~0.50	0.30	—	—	—
>0.50~1.00	0.20	—	—	—
>1.00~5.00	0.20	20.00	20.00	5.00

4.5.3.5 在火焰原子吸收光谱仪波长 217.6 nm 处, 以水调零, 测量试液的吸光度, 减去随同试料空白试验溶液的吸光度, 从工作曲线上查得锑的质量浓度。

4.5.4 工作曲线的绘制

4.5.4.1 分别移取 0 mL、0.50 mL、1.50 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL 和 10.00 mL 锑工作溶液 (4.2.9), 置于一组 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 酒石酸溶液 (4.2.6), 加入 20 mL 盐酸 (4.2.4), 用盐酸-酒石酸溶液 (4.2.7) 稀释至刻度, 混匀。配制的标准溶液浓度分为 0 μg/mL、1.00 μg/mL、3.00 μg/mL、5.00 μg/mL、10.00 μg/mL、15.00 μg/mL 和 20.00 μg/mL。

4.5.4.2 在与测定试料溶液相同的条件下, 测量锑标准溶液的吸光度, 减去“零”浓度溶液的吸光度。以浓度为横坐标、吸光度为纵坐标, 绘制锑工作曲线。

4.6 试验数据处理

按式 (1) 计算锑的质量分数 w_{Sb} :

$$w_{Sb} = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V_0 \cdot V_2}{m \cdot V_1} \times 10^{-6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_{Sb} —— 锑的质量分数, 以百分数 (%) 表示;

ρ —— 自工作曲线上查得的锑的质量浓度, 单位为微克每毫升 (μg/mL);

ρ_0 —— 自工作曲线上查得的随同试料空白试液锑的质量浓度, 单位为微克每毫升 (μg/mL);

V_0 —— 试料溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_2 —— 分取试液稀释后的定容体积, 单位为毫升 (mL);

m —— 试料的质量, 单位为克 (g);

V_1 —— 分取试液的体积, 单位为毫升 (mL)。

计算结果大于等于 0.10% 时, 表示至小数点后两位; 小于 0.10% 时, 表示至小数点后三位。

4.7 精密度

4.7.1 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 2 数据采用线性内插法求得。

表 2 重复性限 (方法 1)

$w_{Sb}/\%$	0.22	0.93	2.43	3.08	5.21
$r/\%$	0.04	0.07	0.09	0.12	0.16

4.7.2 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 3 数据采用线性内插法求得。

表 3 再现性限（方法 1）

$w_{Sb}/\%$	0.22	0.93	2.43	3.08	5.21
$R/\%$	0.05	0.09	0.13	0.14	0.20

4.8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 试样；
- 所使用的文件 GB/T 20899.10—202×；
- 所使用的方法；
- 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。

5 方法 2：硫酸铈滴定法

5.1 原理

试料用硫酸-硫酸钾分解，以滤纸作还原剂和助溶剂，在盐酸介质中，加磷酸掩蔽高价铁离子，以甲基橙为指示剂，在 80℃~90℃用硫酸铈标准滴定溶液滴定至溶液红色消失，即为终点。

5.2 试剂或材料

除非另有说明，在试验中应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。

5.2.1 金属铈， $w_{Sb} \geq 99.99\%$ 。

5.2.2 硫酸钾。

5.2.3 尿素。

5.2.4 硫酸， $\rho=1.84 \text{ g/mL}$ 。

5.2.5 磷酸， $\rho=1.70 \text{ g/mL}$ 。

5.2.6 盐酸， $\rho=1.19 \text{ g/mL}$ 。

5.2.7 硝酸， $\rho=1.42 \text{ g/mL}$ 。

5.2.8 硝硫混酸，(7+3)：将 30 mL 硫酸（5.2.4）缓慢注入 70 mL 硝酸（5.2.7）中，并不断搅拌混匀。

5.2.9 盐酸，(1+1)。

5.2.10 硫酸，(1+1)。

5.2.11 硫酸铈标准滴定溶液， $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}] \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

- a) 配制：称取 20.25 g 硫酸铈 $[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，置于 1 000 mL 烧杯中，加入 200 mL 硫酸(5.2.10)，加入 600 mL 水，在电炉上加热溶解至清亮，取下冷至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

- b) 标定：两人分别称取四份 0.065 0 g 金属铈（5.2.1），分别置于 300 mL 锥形瓶中，以少量水润湿，加入 20 mL 硫酸（5.2.10），加热溶解至清亮，取下冷却。以下操作按 5.5.3.3、5.5.3.4 进行。随同标定做空白试验。

按式（2）计算硫酸铈标准滴定溶液的实际物质的量浓度 c ：

$$c = \frac{2\,000 \times m}{(V_1 - V_0) \cdot M} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——硫酸铈标准滴定溶液的实际物质的量浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——金属铈的质量，单位为克（g）；

V_1 ——滴定铈消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——标定中空白溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

M ——铈的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）， $[M_{\text{Sb}}=121.76]$ 。

测定值保留四位有效数字，其极差值不大于 2×10^{-4} mol/L 时，取其平均值。否则，应重新标定。

- 5.2.12 甲基橙指示剂， $\rho=1$ g/L。

5.3 仪器设备

- 5.3.1 电子天平，分度值 0.000 1 g。

- 5.3.2 电热板，最高温度不低于 350 °C。

- 5.3.3 一般实验室常用仪器和设备。玻璃器皿应使用符合国家标准的 A 级品。

5.4 样品

5.4.1 试样

- 5.4.1.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

- 5.4.1.2 试样在 100 °C~105 °C 烘 1 h 后，置于干燥器中冷至室温。

5.4.2 试料

按表 4 称取试样，精确至 0.000 1 g。

表 4 试样的称样量

铈质量分数 %	试料量 g
>2.00~5.00	0.30
>5.00~10.00	0.20

5.5 试验步骤

5.5.1 空白试验

随同试料做空白试验。

5.5.2 测定次数

独立地进行两次测定，结果取其平均值。

5.5.3 测定

5.5.3.1 将 5.4.2 所得的试料置于 300 mL 锥形瓶中，加入 2 g 硫酸钾 (5.2.2)，混匀后沿壁缓慢加入 15 mL 硫酸 (5.2.4)，置于电热板上加热，待驱除大部分硫后，盖上表面皿，在保持溶液微沸的温度下溶解 30 min。

5.5.3.2 取下稍冷，加入约 8 cm² 定性滤纸，继续加热至滤纸炭化后溶液的暗色消失，取下冷却。

5.5.3.3 加入 50 mL 水，冷却至室温，再加入 50 mL 盐酸 (5.2.9) 和 10 mL 磷酸 (5.2.5)，混匀，加热至 80 °C~90 °C 取下。

5.5.3.4 加入 2 滴甲基橙指示剂 (5.2.12)，在保持溶液 80 °C~90 °C 的温度下，用硫酸铈标准滴定溶液 (5.2.11) 滴定至溶液的红色恰好消失，即为终点。

5.5.3.5 若试料中碳含量较高，即在 5.5.3.1 步骤完成后，仍有不溶的黑色残渣，可趁热向锥形瓶中小心滴入硝硫混酸 (5.2.8)，直到试样溶解至无黑色残渣并且硝酸烟冒尽为止，取下冷至室温，加入约 0.5 g 尿素 (5.2.3)，继续加热 5 min~10 min，然后按照步骤 5.5.3.2~5.5.3.4 测定。

5.6 试验数据处理

按式 (3) 计算铈的质量分数 w_{Sb} ：

$$w_{Sb} = \frac{c \cdot (V_2 - V_3) \cdot M}{2000 \times m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

w_{Sb} —— 铈的质量分数，用百分数 (%) 表示；

c —— 硫酸铈标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V_2 —— 滴定试料溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_3 —— 滴定空白溶液消耗硫酸铈标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

M —— 铈的摩尔质量，单位为克每摩尔 (g/mol)， $[M_{Sb}=121.76]$ ；

m_0 —— 试料的质量，单位为克 (g)。

计算结果表示至小数点后两位。

5.7 精密度

5.7.1 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 5 数据采用线性内插法求得。

表 5 重复性限 (方法 2)

$w_{Sb}/\%$	2.49	3.09	5.28	7.29	10.23
$r/\%$	0.10	0.11	0.13	0.15	0.17

5.7.2 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 6 数据采用线性内插法求得。

表 6 再现性限（方法 2）

$w_{Sb}/\%$	2.49	3.09	5.28	7.29	10.23
$R/\%$	0.12	0.14	0.21	0.23	0.25

5.8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 试样；
- 所使用的文件 GB/T 20899.10—202X；
- 所使用的方法；
- 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。

黄金标委会归口国家标准修订征求意见稿