



中华人民共和国国家标准

GB/T 15249.2—2009
代替 GB/T 15249.2—1994

合质金化学分析方法 第 2 部分：银量的测定 火试金重量法和 EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of crude gold—
Part 2: Determination of silver content—
Fire assay gravimetric and EDTA titrimetric methods

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

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 2 部分。

本部分代替 GB/T 15249.2—1994《合质金化学分析方法 EDTA 滴定法测定银量》。

本部分与 GB/T 15249.2—1994 相比，主要有如下的变动：

- 在原标准内容的基础上增加了火试金重量法测定银量的内容，并将该方法作为仲裁方法；
- 对文本格式进行了修订；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；
- 删除旧版本中“引用标准”条款、“术语”条款，并对“方法原理”条款文字内容重新进行了表述；
- 增加了“试样”条款；
- 删除旧版本中“允许差”条款；
- 增加了“精密度”条款、“质量保证和控制”条款。

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。

本部分由沈阳造币厂负责起草。

本部分由成都印钞公司、长春黄金研究院、上海造币厂、北京矿冶研究总院、南京造币厂参加起草。

本部分主要起草人：王德雨、陈杰、陈菲菲、王自森、林乐琴、鲍珠玲、龙淑杰、孟波、朱慕平、杜培勇、朱秀芬、黄敏华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15249.2—1994。

合质金化学分析方法

第2部分:银量的测定

火试金重量法和 EDTA 滴定法

1 方法一 火试金重量法测定银量

1.1 范围

GB/T 15249 的本部分规定了合质金中银量的测定方法。

本部分适用于合质金(矿金、冶炼粗金产品和回收金等)中银量的测定。测定银的质量分数范围:0.50%~40.00%。

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。

1.2 方法原理

称取一定质量的合质金试料,包于铅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,称得金银合粒质量与火试金法测得试料的金量进行差减计算,并用随同测定的合成金银标样校正后计算银的质量分数。

1.3 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。

1.3.1 铅箔:纯铅(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。

1.3.2 纯银:质量分数不小于99.99%。

1.3.3 纯金:质量分数不小于99.99%。

1.3.4 硝酸(1+1)。

1.3.5 硝酸(2+1)。

1.4 仪器和器具

1.4.1 箱式高温炉。

1.4.2 天平:感量0.01 mg。

1.4.3 灰皿

1.4.3.1 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型,自然干燥后使用。骨灰皿尺寸:直径30 mm,高度23 mm,内径26 mm,凹面深度10 mm。

1.4.3.2 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。

1.4.4 碾片机:小型,压延厚度可达0.1 mm。

1.5 试样

为避免试样表面污染,可用热盐酸(1+1)浸泡15 min。由水洗净后用酒精或丙酮冲洗2次,在105℃~110℃烘箱内烘干。

1.6 分析步骤

1.6.1 金、银量的预测定

1.6.1.1 称取0.5 g试样(1.5)两份,精确到0.000 01 g,其中一份包铅箔(1.3.1),另一份根据估计的

含金量加 2~2.5 倍的纯银(1.3.2),然后包铅箔(1.3.1)。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(1.4.1)内同时灰吹。

1.6.1.2 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含量预测值。

1.6.1.3 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(1.4.1)内于 800 °C 左右退火 5 min。取出冷却后在碾片机(1.4.4)上碾成厚度为 0.15±0.02 mm 的薄片,在箱式高温炉(1.4.1)内于 750 °C 退火 3 min,取出冷却后卷成空心卷。

1.6.1.4 将合金卷放入已加热至 90 °C 的硝酸(1.3.4)中分金 30 min,将硝酸溶液倾泻,再加入经预热的硝酸(1.3.5),继续加热分金 30 min。

1.6.1.5 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(1.4.1)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。

1.6.1.6 根据试料的金银含量(1.6.1.2)和金量预测值(1.6.1.5)计算试料的银量预测值。

1.6.2 试料

1.6.2.1 待测试料

称取 1.0 g 试样(1.5)三份,精确到 0.000 01 g,分别放入铅箔(1.3.1)中,按杂质含量(根据试料中金银量预测值计算)包 3 g~5 g 铅箔(1.3.1),加工成球形。

1.6.2.2 标准试料

按试料中金量和银量预测值使用纯金(1.3.3)、纯银(1.3.2)配制质量分数相近的合成金银标样 4 份,精确到 0.000 01 g,以下操作同 1.6.2.1。

1.6.3 灰吹

1.6.3.1 将灰皿放入箱式高温炉(1.4.1)内逐步升温至 1 000 °C 左右预热 20 min,然后将待测试料(1.6.2.1)与标准试料(1.6.2.2)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。

1.6.3.2 待试料全部熔化后,稍开炉门通风,在 950 °C±10 °C(骨灰皿)或 1 000 °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。

1.6.3.3 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。

1.6.4 称量

冷却后在天平(1.4.2)上依次称出金银合粒的质量。

1.7 分析结果的计算

试料银量以银的质量分数 $w(\text{Ag})$ 计,数值以 % 表示,按下列步骤计算:

1.7.1 计算合成金银标样灰吹损失量:

$$\Delta m = m_1 - m_2 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- Δm ——合成金银标样灰吹损失量,单位为克(g);
- m_1 ——合成金银标样称取量,单位为克(g);
- m_2 ——合成金银标样灰吹后金银合粒质量,单位为克(g)。

1.7.2 若合成金银标样灰吹损失量极差值不大于 0.000 40 g 时,计算四份合成金银标样灰吹损失量平均值 $\overline{\Delta m}$;否则应重新进行测定。

1.7.3 计算试料银的质量分数,以 % 表示:

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

式中:

$\overline{\Delta m}$ ——合成金银标样灰吹损失量平均值,单位为克(g);

m_1 ——火试金重量法测定的试料中金的质量,单位为克(g);

m_2 ——测得试料灰吹后金银合粒质量,单位为克(g);

m ——称取试料质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后第2位。

1.8 精密度

1.8.1 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1数据采用线性内插法求得;不在表1范围内的质量分数,其重复性限(r)则采用线性外推法求得。

表1 重复性限

银的质量分数/%	1.00	10.00	20.00	35.00
重复性限(r)/%	0.04	0.07	0.10	0.15
注:重复性限(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。				

1.8.2 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2数据采用线性内插法求得;不在表2范围内的质量分数,其再现性限(R)则采用线性外推法求得。

表2 再现性限

银的质量分数/%	1.00	10.00	20.00	35.00
再现性限(R)/%	0.06	0.10	0.15	0.20
注:再现性限(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。				

1.9 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。

2 方法二 EDTA 滴定法测定银量

2.1 范围

GB/T 15249的本部分规定了合质金中银量的测定方法。

本部分适用于合质金(矿金、冶炼粗金产品和回收金等)中银量的测定。测定银量的质量分数范围:0.50%~40.00%。

2.2 方法原理

称取一定质量的合质金试料,用硝酸、盐酸溶解后稀释,过滤,用氨水溶解氯化银沉淀,在氨性溶液中加入镍氰化钾,镍被银定量取代,以紫脲酸铵为指示剂,用EDTA标准滴定溶液滴定镍,从而计算银的质量分数。

2.3 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。

2.3.1 纯银:质量分数不小于99.99%。

2.3.2 纯金:质量分数不小于99.99%。

2.3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

2.3.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

2.3.5 氨水(1+1)。

2.3.6 紫脲酸铵指示剂:称取 0.3 g 紫脲酸铵与 25 g 氯化钠,研磨混合均匀。

2.3.7 镍氰化钾溶液(60 g/L):称取 15 g 镍氰化钾[KNi(CN)₃],用 200 mL 热水溶解,冷却后稀释至 250 mL(用时配制)。

2.3.8 EDTA(乙二胺四乙酸二钠)标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) \approx 0.030 \text{ mol/L}$]:称取 11.2 g EDTA (C₁₀H₁₄N₂O₈Na₂ · 2H₂O),用热水溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中稀释至刻度。

2.4 试样

为避免试样表面污染,可用热盐酸(1+1)浸泡 15 min。由水洗净后用酒精或丙酮冲洗 2 次,在 105 °C~110 °C 烘箱内烘干。

2.5 分析步骤

2.5.1 试料

2.5.1.1 待测试料

按表 3 称取试样(2.4),精确至 0.000 1 g。

表 3 试料量

银的质量分数/%	试料量/g
0.50~2.00	4.000 0
>2.00~5.00	1.000 0
>5.00~15.00	0.300 0
>15.00~40.00	0.200 0

2.5.1.2 标准试料

根据试样的化学成分,用纯金(2.3.2)及纯银(2.3.1)配制两个标准试料。

2.5.2 测定

2.5.2.1 将试料(2.5.1)分别置于 400 mL 烧杯中,加 20 mL 水,5 mL 硝酸(2.3.3),盖上表皿,低温加热溶解 30 min。

2.5.2.2 加入 20 mL 盐酸(2.3.4),低温加热使试料完全溶解,并生成氯化银沉淀,取下,洗涤表皿及杯壁,冷至室温后稀释至 200 mL,在电热板上低温加热至溶液清亮,使氯化银沉淀凝聚,取下稍冷。

2.5.2.3 洗涤表皿及杯壁,用 $\phi 9 \text{ cm}$ 的中速定量滤纸过滤,氯化银沉淀用温水冲洗 2~3 次并移入漏斗中,洗涤烧杯 3 次,洗涤沉淀 6~8 次至滤纸无色。

2.5.2.4 将滤纸展开同氯化银沉淀一起放回原烧杯中,在不断摇动下滴加 15 mL 氨水(2.3.5),至氯化银完全溶解。

2.5.2.5 将溶液(2.5.2.4)稀释至 100 mL 左右,加入 5 mL 镍氰化钾溶液(2.3.7)、50 mg~100 mg 紫脲酸铵指示剂(2.3.6),立即用 EDTA 标准滴定溶液(2.3.8)滴定至溶液由黄色经红色变到紫色为终点。

2.6 分析结果的计算

试料银量以银的质量分数 $w(\text{Ag})$ 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w(\text{Ag}) = \frac{V_2 \cdot m_1}{V_1 \cdot m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_1 ——滴定标准试料消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定试料消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——标准试料中的纯银质量,单位为克(g);

m_2 ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后第二位。

2.7 精密度

2.7.1 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4数据采用线性内插法求得。

表4 重复性限

银的质量分数/%	0.51	6.99	14.97	39.97
重复性限(r)/%	0.03	0.07	0.10	0.15
注:重复性限(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。				

2.7.2 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5数据采用线性内插法求得。

表5 再现性限

银的质量分数/%	0.51	6.99	14.97	39.97
再现性限(R)/%	0.04	0.09	0.15	0.20
注:再现性限(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。				

2.8 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。

中华人民共和国
国家标准
合质金化学分析方法
第2部分：银量的测定
火试金重量法和 EDTA 滴定法
GB/T 15249.2—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

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

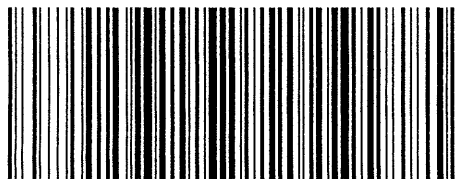
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

*

书号：155066·1-37841 定价 16.00 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



GB/T 15249.2-2009