

文章编号:1673-9981(2012)04-0231-05

金含量标准分析方法的现状

林海山, 李小玲, 戴凤英, 肖红新, 麦丽碧

广东省工业技术研究院(广州有色金属研究院), 广东 广州 510650

摘要:通过对国内金含量的标准分析方法进行综合分析、归纳整理,介绍了金含量分析的现行标准方法的现状,重点分析了金含量标准分析方法中样品的前处理技术及测试技术。
关键词:金;分析;标准方法
中图分类号: O614.123 **文献标识码:** A

金含量的标准分析方法是由多个实验室、多名测试人员反复试验、研究后制定的,经国家主管部门审查、批准、发布、实施的金含量测试方法,其技术先进、准确可靠、经济合理。金矿产资源、含金二次资源、金首饰和金工业材料等,是金分析方法研究的主要产品类别。

通过对金含量的标准分析方法进行归纳总结,可更好地掌握和使用标准方法,提高金含量的分析技术水平。本文归纳了截至2012年10月的现行金含量的标准分析方法,共引用27项国家或行业标准,对金含量分析的样品前处理技术和测试技术进

行了重点剖析。

1 金含量标准分析方法的概况

现行金含量的国家标准分析方法共有14项,行业标准分析方法有13项,分析对象涵盖了金原矿、尾矿、精矿、地球化学样品、阳极泥、合金、金锭等,测定范围从地化试样金含量0.1 ng/g到金锭中金含量99.95%,样品前处理技术以火试金为主,测试技术以重量法为主。表1列出了27项现行金含量的标准分析方法^[1-27]。

表1 金含量的国家、行业标准分析方法
Table 1 Chinese national standards and industry standards of for analysis of gold content

| 分析对象 | 测定范围 | 前处理方法 | 测试方法 | 标准号 | 文献 |
|---------|----------------|----------|---------|-------------------|----|
| 铜精矿 | 0.50~40.00 g/t | 火试金 | 重量法 | GB/T 3884.2-2000 | 1 |
| 金合金首饰 | 333.0‰~999.5‰ | 灰吹法(火试金) | 重量法 | GB/T 9288-2006 | 2 |
| 铅精矿 | 0.1~25 g/t | 铅析或灰吹火试金 | FAAS | GB/T 8152.10-2006 | 3 |
| 金精矿 | 20.0~550.0 g/t | 火试金 | 重量法 | GB/T 7739.1-2007 | 4 |
| 金矿石 | 0.20~150.0 g/t | 火试金 | 重量法 | GB/T 20899.1-2007 | 5 |
| 贵金属合金首饰 | 999‰ | 酸分解 | ICP-差减法 | GB/T 21194.4-2007 | 6 |
| 贵金属合金首饰 | 725‰~999‰ | 酸分解 | ICP-差减法 | GB/T 1194.6-2007 | 7 |
| 金 | 99.50‰~99.95‰ | 火试金 | 重量法 | GB/T 11066.1-2008 | 8 |

收稿日期:2012-10-12
作者简介:林海山(1975-),男,广东始兴人,高级工程师,硕士,从事化学分析研究工作。

续表 1

| 分析对象 | 测定范围 | 前处理方法 | 测试方法 | 标准号 | 文献 |
|----------|-------------------|-----------------|-----------|-------------------|----|
| 金、铂、钯合金 | 3%~99.5% | 酸分解 | 硫酸亚铁电位滴定法 | GB/T 15072.1-2008 | 9 |
| 合质金 | 30.00%~99.90% | 火试金 | 重量法 | GB/T 15249.1-2009 | 10 |
| 黄金制品 | — | 抛光、清洁 | 电子探针微分析法 | GB/T 17363.1-2009 | 11 |
| 黄金制品 | 不低于 75% | 清洗、烘干 | 综合测定法 | GB/T 17363.2-2009 | 12 |
| 地球化学样品 | 0.1~100 ng/g | 火试金 | AES | GB/T 17418.6-2010 | 13 |
| 金合金首饰 | 70.00%~99.95% | 酸分解 | 重量法 | GB/T 28016-2011 | 14 |
| 银精矿 | 0.50~40.00 g/t | 火试金 | 重量法 | YS/T 445.1-2001 | 15 |
| 混合铅锌精矿 | 0.50~15.00 g/t | 火试金 | 重量法 | YS/T 461.10-2003 | 16 |
| 粗铅 | 1~100 g/t | 火试金 | 重量法 | YS/T 248.6-2007 | 17 |
| 金化合物 | 30%~95% | 微波密闭分解 | 硫酸亚铁电位滴定法 | YS/T 645-2007 | 18 |
| 粗铜 | ≥0.5 g/t | 火试金 | 重量法 | YS/T 521.2-2009 | 19 |
| 锑精矿 | 1.00~100.00 g/t | 火试金 | 重量法 | YS/T 556.9-2009 | 20 |
| 黑铜 | ≥0.5 g/t | 火试金 | 重量法 | YS/T 716.2-2009 | 21 |
| 铜阳极泥 | 0.100~20.000 kg/t | 火试金 | 重量法 | YS/T 745.2-2010 | 22 |
| 铜铅锌原矿和尾矿 | 0.05~3.00 g/t | 火试金 | FAAS | YS/T 53.1-2010 | 23 |
| 铜铅锌原矿和尾矿 | 0.01~1.0 g/t | 流动注射-8531 纤维微型柱 | FAAS | YS/T 53.2-2010 | 24 |
| 铅阳极泥 | 0.05~1.000 kg/t | 火试金 | 重量法 | YS/T 775.5-2011 | 25 |
| 粗铜 | ≥0.5 g/t | 火试金 | 重量法 | SN/T 1789-2006 | 26 |
| 进口铜精矿 | 0.2~50 g/t | 阴离子交换 | FAAS | SN/T 2501-2010 | 27 |

2 样品前处理技术

2.1 火试金法

火试金法是常用的、经典的贵金属分析方法,表 1 列出的标准方法中有 18 项分析方法规定用火试金法对样品进行分离富集。

20 世纪初,铅试金法已日趋完善,该法是用固体熔剂高温熔融分解试样,生成铅固熔体分离富集贵金属。因密度差异,含贵金属铅沉于底部形成铅扣而贱金属等其他成分与熔剂生成熔渣浮于上层,从而实现样品分解、贵贱金属分离。合金铅扣经灰吹氧化除铅后获得贵金属合粒,使贵金属得以富集。

铅试金法广泛应用于金含量的分析测定,优势明显。首先,试样可取量大,代表性好,测试时可称取几十克至上百克样品;其次,适用性强,对各类成分复杂的金原矿、尾矿、精矿、合金及纯金等都适用;再次,富集效率高,可将几十克试样中几毫克金富集到

成分简单的合粒中。由于火试金法对金的捕集率高于 99%,所以对试样中含金 0.2~0.3 g/t 仍有很高的回收率,结果准确可靠是铅试金最突出的优点。

配料的筛选与确定是铅试金最关键的环节,其直接影响富集、分离贵金属的效果。配料需要根据样品的成分而调整,不同的分析对象,配料各异。判断配料是否合适,可对溶渣进行二次试金以检查分离效果,也可观察铅扣的大小及铅扣与渣的分离情况。如果配料合适,那么铅扣光滑且与渣分离干净,铅扣大小介于 28~35 g 之间。

2.2 酸分解法

酸分解法是指常压下在敞口容器中以无机酸分解样品,其操作简便、经济安全。成分简单、易于溶解的试样适合用酸分解法,表 1 列出的标准分析方法中,规定贵金属合金首饰^[6-7]、金、铂、钯合金^[6]及金合金首饰^[14]等样品用王水分解。

2.3 微波密闭消解法

微波密闭消解法是在密闭容器内,选用频率为

300 MHz~300 GHz 的电磁波加热分解试样.微波消解温度可达 300 °C,操作压力可达 5.3 MPa,容器耐压压力可至 10 MPa. 该法具有以下优点:试样分解快,所需时间是常规加热方式的几分之一甚至十几分之一;试剂消耗量少,仅需几毫升;在密闭容器内操作,样品污染小.

微波密闭消解法适合用于含贵金属的复杂、难溶试样的分解. 金化合物^[18]中金含量测定的行业标准规定用微波密闭消解法分解样品.

2.4 其它前处理方法

流动注射分析技术是一种溶液处理和信息采集技术. 在流动注射分析柱中注入一个确定的流体带,其在连续流动的载流中分散,形成浓度梯度,由此浓度梯度获取信息. 铜、铅、锌原矿和尾矿^[24]中金含量测定的前处理方法是采用流动注射-8531 纤维微型柱进行样品的分离富集.

离子交换分离技术是另一种重要的试样前处理技术,利用离子交换剂与溶液中的金属离子(如金络阴离子)发生交换以分离待测离子. 铜精矿^[27]中金含量测定的行业标准规定用阴离子交换法分离富集金量.

无损检测黄金样品^[11-12]中的金含量,标准中规定用抛光、清洁及烘干等方法进行前处理.

3 测试技术

3.1 重量法

金含量的标准分析方法规定,重量法用经典的火试金重量法(15 项标准)或还原沉淀重量法(1 项标准).

重量法是将试样中待测组分与其它共存成分分离,再采用称量质量的方法进行测定. 火试金重量法测定金含量是采用火试金法得到金银合粒,再经硝酸分金分离银量,最后用天平称量分金后所得金量. 分金时注意使银完全溶解以避免金含量分析结果偏高,并保持金片不要散开以确保金不损失. 火试金重量法是经典的、最可靠的测定金含量的测试技术之一,但对含铂、铑等贵金属试样中金含量的测定不适用.

用还原沉淀重量法测定金合金首饰^[14]中的金含量,是用王水溶解试样,用水合肼将金离子还原成单质金,最后称量计算金量. 此法不适用于测定含

铂、钯、铑等贵金属试样中的金含量.

3.2 原子吸收分光光谱法

原子吸收分光光谱法操作简便、快速、准确,广泛用于中、低含量金的测定. 铅精矿^[2]及铜、铅、锌的原矿和尾矿^[18-19]的标准分析方法规定用火焰原子吸收光谱法测定金含量.

3.3 等离子体发射光谱法

等离子体发射光谱法具有线性宽、稳定性好、选择性高、可连续测定多种元素等优点,近年在贵金属测试方面显示出良好的应用前景. 测定贵金属合金首饰^[6-7]中的金含量,是先用等离子体光谱法测定杂质含量,再用差减法确定其中的金含量.

3.4 硫酸亚铁电位滴定法

用硫酸亚铁电位滴定法测定高含量金,滴定终点敏锐,结果准确、精密度高,操作简便、快速,易于掌握. 金、铂、钯合金^[9]的国家标准分析方法和金化合物^[18]的行业标准分析方法均规定用硫酸亚铁电位滴定法测定金含量.

3.5 无损测试方法

无损测试方法是在试样不发生任何物理和化学变化、试样保存完好的状态下完成成分测定的技术. 无损测试方法特别适合不希望被破坏的黄金样品中金含量的测定,2 项现行国家标准与黄金样品的金含量的无损测定方法相关,其中一项是电子探针微分析法测定黄金样品中的金含量^[9],另一项是综合测定法测定黄金样品中的金含量^[10].

4 结 语

在金含量的分析方法研究中,方法的标准化取得了丰硕的成果,实施了一批技术先进、经济合理、准确可靠的金含量的标准分析方法. 该系列分析方法涉及领域多、检测对象多元化,涵盖含金原矿、精矿、合金及含金产品等,用于样品前处理的技术主要有铅试金、酸溶法和微波密闭消解法等,用于测试的技术主要有电位滴定法、重量法、原子吸收分光光谱法、等离子体发射光谱法和电子探针微分析法等.

标准分析方法的水平体现了科学技术的发展水平,金含量的新分析技术、新分析方法尽快地反映到标准分析方法的制订和修订中,对标准分析方法的改进与提升,有积极的作用. 我们要不断发展和完善

金含量的分析方法,推动更多更好的分析方法成为标准分析方法,进一步完善我国金含量的标准分析方法体系,特别是加紧建立适应生产实践、市场急需的金含量的标准分析方法以满足市场需求,使我国的金含量的分析方法的水平达到新的高度。

参考文献:

- [1] 国家质量技术监督局. GB/T 3884.2—2000 铜精矿化学分析方法 金和银量的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2000.
- [2] 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. GB/T 9288—2006 金合质金首饰 金含量的测定 灰吹法(火试金法)[S]. 北京:中国标准出版社,2006.
- [3] 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. GB/T 8152.10—2006 铅精矿化学分析方法 银量和金量的测定 铅析或灰吹试金和火焰原子吸收光谱法[S]. 北京:中国标准出版社,2006.
- [4] 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. GB/T 7739.1—2007 金精矿化学分析方法 第1部分:金量和银量的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2007.
- [5] 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. GB/T 20899.1—2007 金矿石化学分析方法 第1部分:金量的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2007.
- [6] 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. GB/T 21198.4—2007 贵金属合金首饰中贵金属含量的测定 ICP 光谱法 第4部分:999% 贵金属合金首饰 贵金属含量的测定 差减法[S]. 北京:中国标准出版社,2007.
- [7] 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. GB/T 21198.6—2007 贵金属合金首饰中贵金属含量的测定 ICP 光谱法 第6部分:差减法[S]. 北京:中国标准出版社,2007.
- [8] 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. GB/T 11066.1—2008 金化学分析方法 金量的测定 火试金法[S]. 北京:中国标准出版社,2008.
- [9] 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. GB/T 15072.1—2008 贵金属合金化学分析方法 金、铂、钯合金中金量的测定 硫酸亚铁电位滴定法[S]. 北京:中国标准出版社,2008.
- [10] 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. GB/T 15249.1—2009 合金化学分析方法 第1部分:金量的测定 火试金重量法[S]. 北京:中国标准出版社,2009.
- [11] 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. GB/T 17363.1—2009 黄金样品金含量无损测定方法 第1部分:电子探针微分析法[S]. 北京:中国标准出版社,2009.
- [12] 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. GB/T 17363.2—2009 黄金样品金含量无损测定方法 第2部分:综合测定方法[S]. 北京:中国标准出版社,2009.
- [13] 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. GB/T 17418.6—2010 地球化学样品中贵金属分析方法 第6部分:铂量、钯量和金量的测定 火试金富集—发射光谱法[S]. 北京:中国标准出版社,2011.
- [14] 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. GB/T 28016—2011 金合金首饰金含量的测定 重量法[S]. 北京:中国标准出版社,2011.
- [15] 中国有色金属工业协会. YS/T 445.1—2001 银精矿化学分析方法 金和银量的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2001.
- [16] 中华人民共和国国家发展和改革委员会. YS/T 461.10—2003 混合铅锌精矿化学分析方法 金量与银量的测定 火试金法[S]. 北京:中国标准出版社,2003.
- [17] 国家质量监督检验检疫总局. SN/T 1789—2006 粗铜中金、银量的测定 火试金重量法[S]. 北京:中国标准出版社,2006.
- [18] 中华人民共和国国家发展和改革委员会. YS/T 248.6—2007 粗铅化学分析方法 金量和银量的测定 火试金法[S]. 北京:中国标准出版社,2007.
- [19] 中华人民共和国国家发展和改革委员会. YS/T 645—2007 金化合物化学分析方法 金量的测定 硫酸亚铁电位滴定法[S]. 北京:中国标准出版社,2007.
- [20] 中华人民共和国工业和信息化部. YS/T 521.2—2009 粗铜化学分析方法 第2部分:金和银量的测定 火试金法[S]. 北京:中国标准出版社,2010.
- [21] 中华人民共和国工业和信息化部. YS/T 556.9—2009 锑精矿化学分析方法 第9部分:金量的测定 火试金法[S]. 北京:中国标准出版社,2010.
- [22] 中华人民共和国工业和信息化部. YS/T 716.2—2009 黑铜化学分析方法 第2部分:金和银量的测定 火试金法[S]. 北京:中国标准出版社,2010.
- [23] 中华人民共和国工业和信息化部. YS/T 745.2—2010 铜阳极泥化学分析方法 第2部分:金量和银量的测定 火试金重量法[S]. 北京:中国标准出版社,2011.
- [24] 中华人民共和国工业和信息化部. YS/T 53.1—2010 铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法 第1部分:金量的测定

- 火焰原子吸收光谱法[S]. 北京:中国标准出版社,2011.
- [25] 中华人民共和国工业和信息化部. YS/T 53.2—2010 铜、铅、锌原矿和尾矿化学分析方法 第2部分:金量的测定 流动注射-8531 纤维微型柱分离富集—火焰原子吸收光谱法[S]. 北京:中国标准出版社,2011.
- [26] 中华人民共和国工业和信息化部. YS/T 775.5—2010 铅阳极泥化学分析方法 第5部分:金量的测定 火试金重量法[S]. 北京:中国标准出版社,2012.
- [27] 国家质量监督检验检疫总局. SN/T 2501—2010 进口铜精矿中金含量的测定 阴离子交换 火焰原子吸收光谱法[S]. 北京:中国标准出版社,2010.

Status of standard analysis method of gold content

LIN Haishan, LI Xiaoling, DAI Fengying, XIAO Hongxin, MAI Libi

Guangdong General Research Institute for Industrial Technology (Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals), Guangzhou 510650, china

Abstract: This paper summarized general situation of standard method for analyzing gold content, and put an emphasis on introducing the applications of sample pretreatment techniques and testing techniques of standard method of gold analysis.

Key words: gold; analysis; standard method