



中华人民共和国国家标准

GB/T 29509.1—2013

载金炭化学分析方法 第1部分：金量的测定

Methods for chemical analysis of gold-loaded carbon—
Part 1: Determination of gold content

2013-05-09 发布

2014-02-01 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 29509《载金炭化学分析方法》分为两个部分：

——第1部分：金量的测定；

 火试金重量法

 火焰原子吸收光谱法

——第2部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为 GB/T 29509 的第1部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国黄金标准化技术委员会(SAC/TC 379)提出并归口。

本部分火试金重量法起草单位：长春黄金研究院、紫金矿业集团股份有限公司、灵宝黄金股份有限公司、山东国大黄金股份有限公司、潼关中金冶炼有限责任公司、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司。

本部分火试金重量法主要起草人：陈菲菲、陈永红、马丽军、腾飞、夏珍珠、兰美娥、林常兰、刘鹏飞、朱延胜、孔令强、李铁栓、刘成祥。

本部分火焰原子吸收光谱法起草单位：紫金矿业集团股份有限公司、长春黄金研究院、灵宝黄金股份有限公司、山东国大黄金股份有限公司、潼关中金冶炼有限责任公司、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司。

本部分火焰原子吸收光谱法主要起草人：夏珍珠、李春香、刘本发、俞金生、陈菲菲、陈永红、王菊、刘鹏飞、朱延胜、孔令强、李铁栓、刘成祥。

载金炭化学分析方法

第1部分：金量的测定

1 范围

GB/T 29509 的本部分规定了载金炭中金量的测定方法。

本部分适用于载金炭中金含量的测定。测量范围：100.0 g/t~10 000.0 g/t。

2 火试金重量法(仲裁法)

2.1 方法提要

试料经过焙烧处理,与火试金试剂经配料、熔融,获得适当质量的含有贵金属的铅扣。通过灰吹使金银合粒与铅扣分离,得到的金银合粒经过硝酸分金后,用重量法测定金的含量。

2.2 试剂

除非另有说明,在分析中均使用分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

2.2.1 碳酸钠:工业纯,粉状。

2.2.2 氧化铅:工业纯,粉状(空白金量不大于 0.02 g/t)。

2.2.3 硼砂:工业纯,粉状。

2.2.4 二氧化硅:白色结晶小颗粒或白色粉末。

2.2.5 金属银(质量分数 $\geq 99.99\%$)。

2.2.6 覆盖剂(3+1):三份碳酸钠与一份硼砂混合。

2.2.7 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

2.2.8 硝酸(1+5)。

2.2.9 硝酸(1+2)。

2.2.10 面粉。

2.2.11 铅箔(质量分数 $\geq 99.99\%$)。

2.2.12 冰乙酸($\rho=1.05$ g/mL)。

2.2.13 冰乙酸(1+3)。

2.2.14 银标准溶液:称取 5.000 g 金属银(2.2.5),置于 250 mL 烧杯中,加入硝酸(2.2.9)50 mL,低温加热至完全溶解,取下冷却至室温,用不含氯离子的水移入 500 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 mg 银。

2.3 仪器和设备

2.3.1 试金坩埚:材质为耐火黏土。高 130 mm,底部外径 50 mm,容积约为 300 mL。

2.3.2 镁砂灰皿:顶部内径约 35 mm,底部外径约 40 mm,高 30 mm,深约 17 mm。

2.3.3 分金试管:25 mL 比色管。

2.3.4 方形瓷舟:长 90 mm,宽 60 mm,深 17 mm。

- 2.3.5 瓷坩埚:30 mL。
 2.3.6 微量天平:感量不大于 0.01 mg。
 2.3.7 天平:感量 0.01 g 和 0.001 g。
 2.3.8 箱式电阻炉:最高加热温度为 1 350 ℃。
 2.3.9 铁铸模。

2.4 试样

- 2.4.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。
 2.4.2 试样应在 100 ℃~105 ℃烘干 1 h 后,置于干燥器中冷却至室温。

2.5 分析步骤

2.5.1 试料

按表 1 称取试样(2.4),精确至 0.001 g。

表 1 试样质量

金质量分数 g/t	试料量 g
100.0~1 000.0	10
>1 000.0~5 000.0	5
>5 000.0~10 000.0	3

独立进行两次测定,取其平均值。

2.5.2 试剂中金空白值的测定

每批氧化铅都要测定其中金量。每次称取三份氧化铅进行平行测定,取其平均值。

方法:称取 200 g 氧化铅(2.2.2)、40 g 碳酸钠(2.2.1)、10 g 硼砂(2.2.3)、15 g 二氧化硅(2.2.4)、4 g 面粉(2.2.10),以下按 2.5.3.3、2.5.3.4、2.5.3.6 进行,测定金量。

2.5.3 测定

2.5.3.1 焙烧:先称取 5 g 二氧化硅(2.2.4)平铺于方形瓷舟(2.3.4)内,再将试料(2.5.1)覆盖在二氧化硅上,放置于低于 350 ℃的电炉内,升温至 650 ℃,保持 1 h~2 h,直至试料焙烧完全,取出冷却。

2.5.3.2 配料:先称取 30 g 碳酸钠(2.2.1)、80 g 氧化铅(2.2.2)、10 g 硼砂(2.2.3)、4 g 面粉(2.2.10)于试金坩埚(2.3.1)内,再将焙烧完全的载金炭试料(2.5.3.1)全部转移至其中,搅拌均匀后,加入 2.00 mL 银标准溶液(2.2.14),覆盖约 10 mm 厚的覆盖剂(2.2.6)。

2.5.3.3 熔融:将坩埚置于炉温为 800 ℃的箱式电阻炉(2.3.8)内,关闭炉门,升温至 930 ℃,保温 15 min。再升温至 1 100 ℃~1 150 ℃,保温 5 min~10 min 后出炉,将坩埚平稳地转动数次,并在铁板上轻轻敲击 2~3 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铁铸模(2.3.9)中。冷却后,分离铅扣与熔渣,并将铅扣锤成立方体,称量(40 g 左右)。

2.5.3.4 灰吹:将铅扣放入已在 950 ℃电炉(2.3.8)内预热 30 min 的镁砂灰皿中,关闭炉门 1 min~2 min,待熔铅脱膜后,半开炉门,并控制温度在 900 ℃灰吹,待铅扣完全吹尽,将灰皿取出冷却。

2.5.3.5 合粒处理:用小镊子将金银合粒从灰皿中取出,置于 30 mL 的瓷坩埚(2.3.5)中,加入 10 mL

冰乙酸(2.2.13),置于低温电热板上,保持近沸,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,称量,即为合粒质量。将合粒质量减去预先所加的 20 mg 银近似为载金炭中的金量,并计算出金、银比例,如果金银比例小于 1:3,直接分金;若金银比例大于 1:3,则按 1:3 的比例补银,并把合粒和需要补加的银用 3 g~5 g 铝箔包好,按 2.5.3.4 进行再次灰吹。

2.5.3.6 分金:用小锤将金银合粒砸成薄片(0.2 mm~0.3 mm)。将金银薄片放入分金试管(2.3.3)中,并加入 10 mL 硝酸(2.2.8),把分金试管置于水浴中加热。待合粒与酸不再反应后,取出分金试管,倒出酸液。再加入 10 mL 微沸的硝酸(2.2.9),于沸水浴中继续加热 40 min。取出试管,倒出酸液,用蒸馏水洗净金粒后,移入 30 mL 瓷坩埚(2.3.5)中,在加热板上烘干后退火,冷却后,将金粒放在微量天平(2.3.6)上称量,记录称量质量。

2.6 分析结果的计算

按式(1)计算金的质量分数 ω_{Au} ,单位为克每吨(g/t):

$$\omega_{Au} = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——金粒的质量,单位为毫克(mg);

m_0 ——分析时所用氧化铅中金的质量,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

分析结果表示至小数点后第一位。

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 2 采用线性内插法求得。

表 2 重复性限

单位为克每吨

金的质量分数	535.7	1 997.1	5 419.4	9 426.7
重复性限(r)	10.0	25.0	70.0	130.0

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 3 采用线性内插法求得。

表 3 再现性限

单位为克每吨

金的质量分数	535.7	1 997.1	5 419.4	9 426.7
再现性限(R)	15.0	60.0	120.0	220.0

2.8 质量控制和保证

应用国家级或行业级标准样品(当两者都没有时,可用自制的控制样品代替),每周或两周验证一次本方法的有效性,当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核,并采取相应的预防措施。

3 火焰原子吸收光谱法

3.1 方法提要

试样经灼烧灰化后,用王水溶解残渣。在稀盐酸介质中,于火焰原子吸收光谱仪波长 242.8 nm 处,使用空气-乙炔火焰,测定金的吸光度,按标准曲线法计算金量。

3.2 试剂

除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.2.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.2.2 盐酸(1+1)。

3.2.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.2.4 王水(盐酸:硝酸=3:1),现用现配。

3.2.5 王水(1+1)。

3.2.6 金标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 纯金(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 王水(3.2.5),低温加热至完全溶解,取下冷却至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 金。

3.2.7 金标准溶液:移取 50.00 mL 金标准贮存溶液(3.2.6)于 500 mL 容量瓶中,加入 50 mL 盐酸(3.2.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 金。

3.3 仪器

原子吸收光谱仪,附金空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,金的特征浓度应不大于 0.095 μ g/mL。

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 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”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.8。

3.4 试样

3.4.1 样品粒度应不大于 0.074 mm。

3.4.2 样品应在 100 $^{\circ}$ C~105 $^{\circ}$ C 烘干 1 h 后,置于干燥器中冷却至室温。

3.5 分析步骤

3.5.1 试料

按表 4 称取试样(3.4),精确至 0.000 1 g。

表 4 试样量及分取体积

金的质量分数 g/t	试样量 g	试液分取体积 mL	稀释体积 mL	补加盐酸(3.2.2)体积 mL
100.0~400.0	1.0	—	—	—
>400.0~1 600.0	1.0	25.00	100	7.5
>1 600.0~8 000.0	0.5	10.00	100	9.0
>8 000.0~10 000.0	0.2	10.00	100	9.0

3.5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

3.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

3.5.4 测定

3.5.4.1 将试料(3.5.1)置于干燥的 30 mL 瓷坩埚中,移入马弗炉中。由低温缓慢升温至 650 ℃,稍开炉门,在有氧条件下于 650 ℃灼烧 1 h~2 h,直至试料(3.5.1)灰化完全,取出坩埚冷却至室温。

3.5.4.2 用少量水润湿坩埚中残渣,加入 10 mL 王水(3.2.5),于水浴中蒸至近干,取下稍冷。加入 10 mL 盐酸(3.2.2),加热使盐类溶解,取下冷却至室温。将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.5.4.3 按表 4 分取试液于相应的容量瓶中,补加相应体积的盐酸(3.2.2),用水稀释至刻度,混匀。

3.5.4.4 于原子吸收光谱仪波长 242.8 nm 处,使用空气-乙炔火焰,以“零”浓度溶液调零,测量试液及随同试料空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的金的浓度。

3.5.5 工作曲线绘制

移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 金标准溶液(3.2.7),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.2.2),用水稀释至刻度,混匀。在与试料溶液相同测定条件下,以“零”浓度溶液调零,测量系列标准溶液的吸光度。以金的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

3.6 分析结果的计算

按式(2)计算金的质量分数 ω_{Au} ,数值以 g/t 表示:

$$\omega_{Au} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V_0 \cdot V_2}{m \cdot V_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- ρ_1 ——自工作曲线上查得试液中金的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 ——自工作曲线上查得空白试液中金的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V_0 ——试液的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——分取试液稀释后的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示至小数点后第一位。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
载金炭化学分析方法
第 1 部分：金量的测定
GB/T 29509.1—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室：(010)64275323 发行中心：(010)51780231
读者服务部：(010)68523946

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 14 千字
2013 年 7 月第一版 2013 年 7 月第一次印刷

*

书号：155066·1 47974 定价：10.00 元



中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
载金炭化学分析方法
第 1 部分:金量的测定
GB/T 29509.1—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 14 千字
2013 年 7 月第一版 2013 年 7 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47274 定价 16.00 元



GB/T 29509.1—2013

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)68510107