



中华人民共和国国家标准

GB/T 7739. 9—202×

代替 GB/T 7739. 9—2007

金精矿化学分析方法 第9部分：碳量的测定

Methods for chemical analysis of gold concentrates—

Part 9: Determination of carbon 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	IV
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 方法 1：非水滴定法	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	3
4.5 试验步骤	3
4.6 试验数据处理	4
4.7 精密度	4
4.8 试验报告	5
5 方法 2：高频燃烧红外吸收法	5
5.1 原理	5
5.2 试剂或材料	5
5.3 仪器设备	5
5.4 样品	5
5.5 试验步骤	6
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 7739《金精矿化学分析方法》的第9部分，GB/T 7739 已经发布了以下13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。

本文件代替 GB/T 7739.9—2007《金精矿化学分析方法 第9部分：碳量的测定》，与 GB/T 7739.9—2007 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了非水滴定法干扰情况介绍及消除方式（见4.5.3.1）；
- b) 增加了高频燃烧红外吸收法（见第5章）。

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、紫金矿业集团股份有限公司、深圳市金质金银珠宝检验研究中心有限公司、长春国检（济源）检测科技有限公司、国投金城冶金有限责任公司、山东金都冶炼股份有限公司、河南黄金产业技术研究院有限公司、湖南中南黄金冶炼有限公司、云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司、江西三和金业有限公司、河南省西北永宗检测科技有限公司、招金矿业股份有限公司金翅岭金矿。

本文件主要起草人：陈永红、杨星、关国军、张越、杨页好、洪博、王菊、罗秀芬、杜媛媛、钟英楠、任晓松、刘霞、郭晓、杨运光、陈晓科、余国尉、黄勇、倪平、邵道臣、李延吉。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- GB/T 7739.9—2007；
- 本次为第一次修订。

引 言

原矿经过选别作业处理后，其主要成分已在精矿中富集，同时矿石的次要成分或其他伴生金属也得到回收，GB/T 7739《金精矿化学分析方法》旨在帮助黄金工矿企业准确了解金精矿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 7739 拟由 14 个部分构成。

- 第 1 部分：金量和银量的测定。目的在于规定金精矿中金量和银量测定的火试金重量法、活性炭富集-火焰原子吸收光谱法和活性炭富集-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。目的在于规定金精矿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。目的在于规定金精矿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。目的在于规定金精矿中铜量测定的火焰原子吸收光谱法和硫代硫酸钠碘量法及各方法适用的测定范围。
- 第 5 部分：铅量的测定。目的在于规定金精矿中铅量测定的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。目的在于规定金精矿中锌量测定的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 7 部分：铁量的测定。目的在于规定金精矿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。目的在于规定金精矿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。目的在于规定金精矿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。目的在于规定金精矿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、铅和铋量的测定 原子荧光光谱法。目的在于规定金精矿中砷、汞、镉、铅和铋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。目的在于规定金精矿中铅、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。目的在于规定金精矿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：铂族元素量的测定 镍铈试金-电感耦合等离子体质谱法。目的在于规定金精矿中铂、钯、铑、铱、钇、钆量测定的镍铈试金-电感耦合等离子体质谱法及适用的测定范围。

金精矿化学分析方法 第9部分：碳量的测定

1 范围

本文件规定了金精矿中碳量的测定方法。

本文件适用于金精矿中碳量的测定。方法1非水滴定法测定范围：0.50%~10.00%；方法2高频燃烧红外吸收法测定范围：0.020%~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：非水滴定法

4.1 原理

试样在1 200 °C~1 250 °C高温氧气流中燃烧，使碳转化成二氧化碳，以百里酚酞为指示剂，用乙醇-乙醇胺-氢氧化钾溶液吸收并滴定二氧化碳。

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 碳酸钙， $w \geq 99.99\%$ 。

4.2.2 变色硅胶。

4.2.3 氧化铜，粉状。

4.2.4 无水乙醇。

4.2.5 硫酸， $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ 。

4.2.6 高锰酸钾-氢氧化钠溶液：称取3.0 g高锰酸钾溶于100 mL水中，加入10 g氢氧化钠，溶解后装入洗气瓶中。

4.2.7 过氧化氢， $\phi = 30\%$ 。

4.2.8 活性二氧化锰浆（固液比1:1）：称取50 g活性二氧化锰粉末于洗气瓶中，加入50 mL蒸馏水。

4.2.9 吸收溶液：氢氧化钾标准溶液 [$c(\text{KOH}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$]：将30 mL乙醇胺溶于970 mL无水乙醇（4.2.4）中，加入3.0 g氢氧化钾，待氢氧化钾溶解完全后加入150 mg百里酚酞指示剂，混匀，过滤，保存于密闭的下口瓶中，摇匀后放置1 d~2 d，用时直接接取。

4.2.10 氢氧化钾标准滴定溶液:

- a) 配制: 同 4.2.9。
- b) 标定: 准确称取 0.100 0 g (精确至 0.000 1 g) 预先在 100 °C~105 °C 烘至恒重的碳酸钙 (4.2.1), 置于预先在 1 000 °C 高温炉中灼烧过的瓷舟中, 加入适量的氧化铜 (4.2.3), 以下操作按试验步骤 4.5.3 进行。

按式 (1) 计算标准吸收滴定溶液的物质的量浓度 c :

$$c = \frac{m \cdot 1\,000}{(V_1 - V_0) \cdot M_1} \dots\dots\dots (1)$$

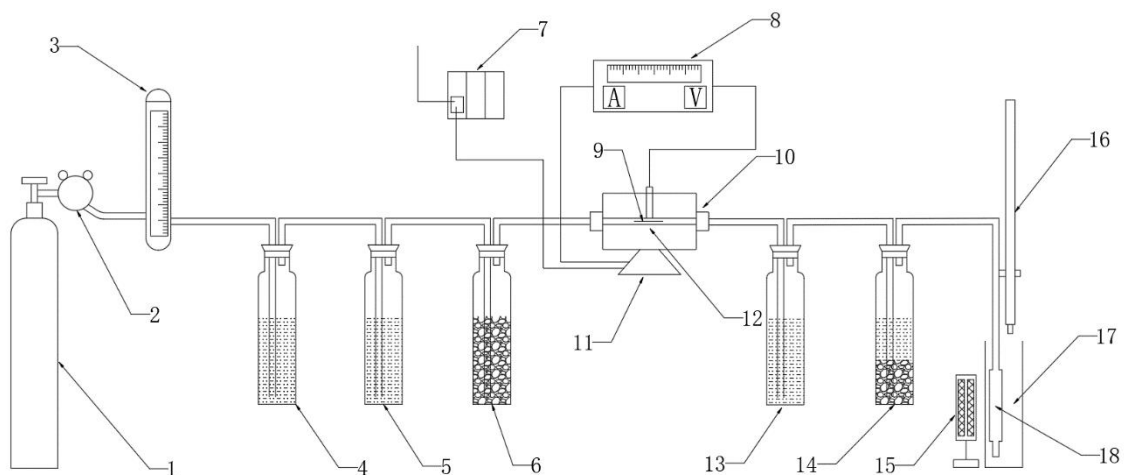
式中:

- c —— 氢氧化钾标准溶液的物质的量浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);
- m —— 称取碳酸钙的质量, 单位为克 (g);
- V_1 —— 标定时, 滴定消耗标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- V_0 —— 滴定空白溶液所消耗氢氧化钾标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- M_1 —— 碳酸钙的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol), ($M=100.09$)。

两人平行标定, 每人标定四份, 测定值保留四位有效数字, 其极差值不大于 5×10^{-4} mol/L 时, 取其平均值, 否则重新标定。标准溶液每隔 14 天应重新标定一次。

4.3 仪器设备

- 4.3.1 分析天平, 分度值 0.000 1 g。
- 4.3.2 高温管式电炉: 附带范围在 0 °C~1 600 °C 间的温度控制器, 电炉最高温度 1 350 °C, 常用温度 1 250 °C~1 300 °C。
- 4.3.3 转子流量计, 流量范围 0 L/min~2 L/min。
- 4.3.4 锥形瓷管: 内径 18 mm, 外径 22 mm, 总长 600 mm, 每次测定前, 均应在 1 200 °C~1 250 °C 充分燃烧。
- 4.3.5 瓷舟: 长 88 mm, 使用前应在 1 000 °C 预先灼烧 1 h。
- 4.3.6 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。
- 4.3.7 碳的测定装置见图 1。



标引序号说明:

- 1 —— 氧气瓶;
- 2 —— 减压阀;

- 3 ——转子流量计；
 4 ——洗气瓶：内装高锰酸钾-氢氧化钠溶液（4.2.6），液面高约 1/3 瓶高；
 5 ——洗气瓶：内装浓硫酸（4.2.5），液面高约 1/3 瓶高；
 6 ——干燥塔：内装变色硅胶（4.2.2）；
 7 ——电源；
 8 ——温度控制器；
 9 ——瓷舟；
 10——橡胶塞；
 11——高温管式电炉；
 12——锥形瓷管；
 13——洗气瓶：内装 30%过氧化氢（4.2.7）；
 14——洗气瓶：内装 1：1 活性二氧化锰浆（4.2.8）；
 15——照明灯；
 16——碱式滴定管；
 17——150 mL 气体吸收瓶；
 18——多孔气体扩散管。

图 1 非水滴定法测定碳装置图

4.4 样品

4.4.1 试样

4.4.1.1 试样粒度不大于 0.074 mm。

4.4.1.2 试样应在 100 °C~105 °C 烘干 1 h 后，置于干燥器中，冷却至室温。

4.4.2 试料

按表 1 称取试样，精确至 0.000 1 g。

表 1 试料质量

碳的质量分数 %	试料质量 g
0.50~1.00	0.30
>1.00~5.00	0.20
>5.00~10.00	0.10

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

独立进行两次测定，结果取其平均值。

4.5.3 测定

4.5.3.1 按图 1 连接好全部装置，接通高温管式电炉电源，逐渐加大电压，使炉温升至 1 250 °C。在二氧化碳吸收瓶中加入吸收溶液（4.2.9），使吸收液的液面距离气体扩散管下端 100 mm。在通气的条件下检查装置的气密性。调节氧气流量为 0.2 L/min，打开气体吸收瓶处照明灯，并调整灯光位置，用镍铬丝将盛有碳酸钙（4.2.1）的瓷舟迅速推入燃烧管温度最高处，立即塞紧橡胶塞通入氧气，待吸收瓶中溶液蓝色消退时，立即用氢氧化钾标准溶液（4.2.10）滴定至出现稳定的亮蓝色并能保持 1 min，即为终点，不记读数。

若试料中硫含量低于 0.20%时，可将洗气瓶（13、14）移除。

4.5.3.2 按表 1 称取试样，覆盖 0.2 g 氧化铜，用镍铬丝将盛有试料的瓷舟（4.3.5）迅速推入锥形瓷管温度最高处，立即塞紧橡胶塞通入氧气，调整氧气流量为 0.2 L/min，在燃烧过程中，当吸收溶液褪色时，立即滴入氢氧化钾标准溶液（4.2.10），近终点时，每次滴入 0.10 mL~0.20 mL 氢氧化钾标准溶液，待吸收溶液（4.2.9）混合至均匀的蓝色后继续滴定，当吸收溶液（4.2.9）滴定至与 4.5.3.1 终点颜色一致，并能持续保持 1 min 稳定的亮蓝色不褪色，即为终点。

4.5.3.3 每测完一个样，用镍铬丝将燃烧过的瓷舟取出，将颜色调至与 4.5.3.1 终点颜色一致，再进行下一个样品的测定。

4.6 试验数据处理

按式（2）计算碳的质量分数 w_c ：

$$w_c = \frac{c \cdot (V_3 - V_2) \cdot M_2}{m_0 \cdot 1000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- w_c ——碳的质量分数，用百分数（%）表示；
- c ——氢氧化钾标准滴定溶液的物质的量浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- V_3 ——滴定试料溶液消耗标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- V_2 ——滴定空白溶液消耗标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- M_2 ——碳的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），（ $M=12.01$ ）。
- 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。

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 ），超出重复性限（ 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）

$w_c/\%$	0.50	1.00	2.04	3.09	4.92	7.78	9.94
$r/\%$	0.06	0.10	0.13	0.16	0.20	0.25	0.28

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 ），超出再现性限（ 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）

$w_c/\%$	0.50	1.00	2.04	3.09	4.92	7.78	9.94
$R/\%$	0.12	0.15	0.19	0.23	0.25	0.35	0.39

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 7739.9—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。

5 方法2：高频燃烧红外吸收法

5.1 原理

试料于高频感应炉的氧气流中加热燃烧，生成的二氧化碳，由氧气载至红外线分析器的测量室，二氧化碳吸收某特定波长的红外能，其吸收能与其浓度成正比，根据检测器接受能量的变化可测得碳的含量。

5.2 试剂或材料

- 5.2.1 无水高氯酸镁：粒度为0.7 mm~1.2 mm。
- 5.2.2 烧碱石棉。
- 5.2.3 纯铁： $w_c < 0.0005\%$ ，粒度小于1.25 mm。
- 5.2.4 纯钨： $w_c < 0.0005\%$ ，粒度小于0.63 mm。
- 5.2.5 高纯氧气：质量分数不小于99.9%。
- 5.2.6 动力起源：氮气，杂质含量小于0.05%。
- 5.2.7 标准物质：碳硫（钢铁）成分分析标准物质（优先选择与样品同类型的标准物质）。

5.3 仪器设备

- 5.3.1 分析天平，分度值0.000 1 g。
- 5.3.2 高频红外碳硫分析仪。
- 5.3.3 高频红外碳硫分析仪坩埚，在1 000 ℃马弗炉中灼烧1 h。
- 5.3.4 仪器参数：冲洗时间30 s、延迟时间2 s、燃烧时间15 s、分析时间40 s、吹氧流量2 000 mL/min、分析流量3 600 mL/min。

5.4 样品

5.4.1 试样

- 5.4.1.1 试样粒度不大于0.074 mm。

5.4.1.2 试样应在 100 °C~105 °C 烘 1 h 后，置于干燥器中，冷却至室温。

5.4.2 试料

根据试样中碳的含量，按表 4 称取试料，精确至 0.000 1 g。

表 4 试料质量

碳质量分数 %	试料量 g
>0.02~0.50	0.300 0
>0.50~2.00	0.200 0
>2.00~5.00	0.100 0
>5.00~10.00	0.050 0

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

独立进行两次测定，结果取其平均值。

5.5.3 工作曲线的绘制

按照表 4 称取标准物质，每个区间的标准物质不少于 3 个，置于经过热处理后的空白坩埚（5.3.3）内，加入 0.6 g 左右的纯铁（5.2.3）助熔剂，再覆盖 2 g 纯钨（5.2.4）助熔剂。将坩埚置于高频红外碳硫仪的坩埚托上，按 5.5.4 步骤进行测定，测定完成后，由仪器绘制校准曲线并存储数据。

5.5.4 测定

5.5.4.1 开启高频红外碳硫仪，选择好分析通道，待仪器预热至少 30 min 后再进行测定。

5.5.4.2 按表 4 称取样品置于在经过热处理后的空白坩埚（5.3.3）内，加入 0.6 g 纯铁（5.2.3）助熔剂，再覆盖 2 g 纯钨（5.2.4）助熔剂，将坩埚置于高频红外碳硫仪的坩埚托上，进行测定。由仪器计算出碳的含量。

5.6 试验数据处理

根据吸收能与碳的浓度关系，从工作曲线上得出碳的含量。

当碳含量小于 0.10% 时，计算结果表示到小数点后三位；当碳含量大于等于 0.10% 时，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 ），超出重复性限（ 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。碳的含量低于最低水平，重复性限按外延法求得；碳的含量高于最高水平，重复性限

按最高水平执行。

表 5 重复性限（方法 2）

$w_c/\%$	0.026	0.083	0.50	1.00	3.09	7.78	9.94
$r/\%$	0.003	0.009	0.04	0.05	0.08	0.12	0.20

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 ），超出再现性限（ 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。碳的含量低于最低水平，再现性限按外延法求得；碳的含量高于最高水平，再现性限按最高水平执行。

表 6 再现性限（方法 2）

$w_c/\%$	0.026	0.083	0.50	1.00	3.09	7.78	9.94
$R/\%$	0.010	0.015	0.05	0.07	0.12	0.24	0.30

5.8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试样；
- 所使用的文件 GB/T 7739.9—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。