



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 29509.1—202×

代替 GB/T 29509.1—2013

## 载金炭化学分析方法

### 第1部分：金量和银量的测定

Methods for chemical analysis of gold-loaded carbon—

Part 1: Determination of gold and silver contents

(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 火试金重量法（仲裁法） .....	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 .....	4
4.8 试验报告 .....	5
5 方法2 火焰原子吸收光谱法 .....	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 .....	6
5.5 试验步骤 .....	6
5.6 试验数据处理 .....	7
5.7 精密度 .....	7
5.8 试验报告 .....	8



## 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 29509《载金炭化学分析方法》的第1部分。GB/T 29509 已经发布了以下两个部分：

- 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。

本文件代替 GB/T 29509.1—2013《载金炭化学分析方法 第1部分：金量的测定》，与 GB/T 29509.1—2013 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了银量的测定范围（见第1章）；
- b) 增加了银量的称样量表（见4.4.2）；
- c) 增加了银量的测定步骤（见4.5）；
- d) 增加了银量的计算公式（见4.6）；
- e) 增加了银量的精密度（见4.7）。

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、紫金矿业集团股份有限公司、国投金城冶金有限责任公司、内蒙古太平矿业有限公司、江西三和金业有限公司、山东黄金矿业科技有限公司选冶实验室分公司、山东黄金地质矿产勘查有限公司、嵩县金牛有限责任公司、烟台市金奥环保科技有限公司、云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司。

本文件主要起草人：芦新根、马丽军、刘硕、陈祝海、刘辉、李强、赵凯、张广盛、李正旭、朱幸福、王菊、杨志丰、张金磊、乔小虎、王志强、吕慧、范茹红、王继东、陈晓科、吕顺一、孟宪伟。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- GB/T 29509.1—2013；
- 本次为第一次修订。

## 引 言

载金炭被定义为吸附金后的活性炭,是在黄金提取过程的一类中间产物。制定载金炭化学分析方法,建成载金炭生产和贸易统一的测试评价方法,为黄金资源的高效回收和公平贸易提供准确可靠的技术支撑。

GB/T 29509 由两个部分构成。

- 第1部分:金量和银量的测定。目的在于规定载金炭中金量和银量测定的火试金重量法、金量测定的火焰原子吸收光谱法,以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。目的在于规定载金炭中银量测定的火焰原子吸收光谱法及适用的测定范围。

# 载金炭化学分析方法 第1部分：金量和银量的测定

## 1 范围

本文件规定了载金炭中金量和银量的测定方法。

本文件适用于载金炭中金量和银量的测定。方法1火试金重量法测量范围：金量100.0 g/t~10 000.0 g/t，银量500.0 g/t~20 000.0 g/t；方法2火焰原子吸收光谱法测量范围：金量100.0 g/t~10 000.0 g/t。

## 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 8170 数字修约规则与极限数值的表示和判定

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 火试金重量法（仲裁法）

### 4.1 原理

试料经过焙烧，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，得到的金银合粒经处理称重，经过硝酸分金，用重量法测定金、银的含量。

### 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 金属银， $w_{\text{Ag}} \geq 99.99\%$ 。

4.2.2 铅箔， $w_{\text{Pb}} \geq 99.99\%$ ，厚度约0.1 mm，金量 $\leq 0.02$  g/t，银量 $\leq 0.5$  g/t。

4.2.3 碳酸钠：工业纯，粉状。

4.2.4 氧化铅：工业纯，粉状，金量 $\leq 0.02$  g/t，银量 $\leq 0.5$  g/t。

4.2.5 硼砂：工业纯，粉状。

4.2.6 二氧化硅：工业纯，粉状。

4.2.7 面粉。

4.2.8 覆盖剂：碳酸钠（4.2.3）与硼砂（4.2.5）质量比2：1，混匀。

4.2.9 硝酸， $\rho = 1.42$  g/mL。

4.2.10 冰乙酸， $\rho = 1.05$  g/mL。

4.2.11 硝酸，（1+5）。

4.2.12 硝酸，(1+2)。

4.2.13 冰乙酸，(1+3)。

4.2.14 银标准溶液(10 mg/mL)：称取 5.000 g 金属银(4.2.1)，置于 250 mL 烧杯中，加入 50 mL 硝酸(4.2.12)，低温加热至完全溶解，取下冷却至室温，移入 500 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

### 4.3 仪器设备

4.3.1 试金坩埚：材质为耐火黏土。容积约为 300 mL 或保证放置试料深度不超过坩埚深度的四分之三。

4.3.2 镁砂灰皿：顶部内径约 35 mm，底部外径约 40 mm，高约 30 mm，水泥(标号 425)、镁砂( $\leq 0.18$  mm)与水按质量比(15:85:10)搅拌均匀，在灰皿机上压制成型，容积不小于 5 mL，阴干 3 个月后备用。

4.3.3 分金试管：25 mL 比色管。

4.3.4 方形瓷舟：长 90 mm，宽 60 mm，深 17 mm。

4.3.5 瓷坩埚：30 mL。

4.3.6 微量天平：感量不大于 0.01 mg。

4.3.7 天平：感量 0.01 g 和 0.001 g。

4.3.8 箱式电阻炉：最高加热温度为 1 350 °C。

4.3.9 铁铸模。

### 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 试样应在测定前于 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、表 2 快速称取试料，应精确至 0.001 g。

表 1 试料质量(金)

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

表 2 试料质量(银)

银质量分数(g/t)	试料量(g)
500.0~2 000.0	10
>2 000.0~10 000.0	5
>10 000.0~20 000.0	3

### 4.5 试验步骤

#### 4.5.1 空白试验

每批氧化铅(4.2.4)都应测定其中金量和银量。每次称取三份氧化铅进行平行测定,结果取其平均值。

方法:称取200 g氧化铅(4.2.4)、40 g碳酸钠(4.2.3)、10 g硼砂(4.2.5)、15 g二氧化硅(4.2.6)、4 g面粉(4.2.7),以下按4.5.3.3、4.5.3.4、4.5.3.6测定金量、银量。

#### 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 焙烧:称取5 g二氧化硅(4.2.6)平铺于方形瓷舟(4.3.4),将试料(4.4.1)覆盖在二氧化硅上,放置于低于350 °C的箱式电阻炉(4.3.8),升温至400 °C保持20 min~30 min,再缓慢升温至650 °C,保持1 h~2 h,直至试料焙烧完全,取出冷却。

4.5.3.2 配料:称取30 g碳酸钠(4.2.3)、80 g氧化铅(4.2.4)、10 g硼砂(4.2.5)、4 g面粉(4.2.7)于试金坩埚(4.3.1)内,将焙烧完全的载金炭试料(4.5.3.1)全部转移至其中,搅拌均匀后,覆盖约5 mm厚的覆盖剂(4.2.8)。

4.5.3.3 熔融:将坩埚置于炉温为800 °C的箱式电阻炉(4.3.8)内,关闭炉门,升温至930 °C,保温15 min。再升温至1 100 °C~1 150 °C,保温5 min~10 min后出炉,将坩埚平稳地转动数次,并轻轻敲2下~3下,将熔融物小心地全部倒入预热的铁铸模(4.3.9)中。冷却后分离铅扣与熔渣,并将铅扣锤成立方体,铅扣质量控制在30 g~45 g。

4.5.3.4 灰吹:将铅扣放入已在950 °C箱式电阻炉(4.3.8)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880 °C±10 °C灰吹,待铅扣完全吹尽,将灰皿取出冷却。

4.5.3.5 合粒处理:用小镊子将金银合粒从灰皿中取出,刷去粘附杂质,置于瓷坩埚(4.3.5)中,加入10 mL冰乙酸(4.2.13),置于低温电热板上,保持近沸3 min,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 $m_1$ 。如果金银质量比小于1:3,直接分金;若金银质量比大于1:3,则按小于1:3的比例补银。把合粒和需要补加的银用3 g~5 g铝箔包好,按4.5.3.4,再次进行灰吹。

4.5.3.6 分金:用小锤将金银合粒砸成0.2 mm~0.3 mm厚度的薄片。将该薄片放入分金试管(4.3.3)中,加入10 mL硝酸(4.2.11),把分金试管置于水浴中加热。待合粒与酸停止反应后,取出分金试管,倾出酸液,加10 mL微沸的硝酸(4.2.12),于沸水浴中继续加热40 min。取出试管,倾出酸液,用蒸馏水洗净金粒后,移入瓷坩埚(4.3.5)中,在加热板上烘干后退火,冷却后,将金粒放在微量天平(4.3.6)上称量,记录称量质量 $m_2$ 。

4.5.3.7 选择下列a)或b)方法进行银量补正。

a) 灰皿回收法:将灰吹后的熔渣和灰皿粉碎至0.18 mm,按照面粉法配料,进行二次试金。将熔渣和灰皿全量、50 g碳酸钠、40 g二氧化硅、50 g氧化铅、40 g硼砂、4.5 g面粉置于原坩埚中,搅拌均匀后,覆盖约10 mm厚的覆盖剂(4.2.8),以下4.5.3.3、4.5.3.4、4.5.3.5进行。按4.6中式(2)计算银的结果。

b) 灰吹系数法:称取与试料含银量相近的金属银三份,用40 g铝箔将金属银包裹好并用锤子砸实,放于样品铅扣两侧的镁砂灰皿(4.3.2)内,以下按4.5.3.4、4.5.3.5步骤进行处理,按式(4)计算银的灰吹补正系数,按式(3)计算银结果。

注:试验所得灰吹经验系数近似为1.01,经试验获得,数据保留至小数点后3位。

#### 4.6 试验数据处理

按式(1)计算金的质量分数  $w_{Au}$ :

$$w_{Au} = \frac{m_2 - m_3}{m_0} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $w_{Au}$ ——金的质量分数,单位为克每吨(g/t);
- $m_2$ ——金粒的质量,单位为毫克(mg);
- $m_3$ ——试验时所用氧化铅总量中含金的质量,单位为毫克(mg);
- $m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

按式(2)、式(3)计算银的质量分数  $w_{Ag}$ :

$$w_{Ag} = \frac{m_1 - m_2 - m_4 + m_7}{m_0} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$w_{Ag} = \frac{(m_1 - m_2 - m_4) \bar{k}}{m_0} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$k = \frac{m_5}{m_6} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $w_{Ag}$ ——银的质量分数,单位为克每吨(g/t);
- $m_1$ ——金银合粒的质量,单位为毫克(mg);
- $m_2$ ——金粒的质量,单位为毫克(mg);
- $m_4$ ——分析时所用氧化铅总量中含银的质量,单位为毫克(mg);
- $m_7$ ——熔渣和灰皿中银的质量,单位为毫克(mg);
- $m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);
- $\bar{k}$ ——三份银灰吹损失修正系数平均值;
- $k$ ——金属银灰吹修正系数;
- $m_5$ ——灰吹前金属银的质量,单位为毫克(mg);
- $m_6$ ——灰吹后金属银的质量,单位为毫克(mg)。

计算结果应表示至小数点后一位。

#### 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3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 重复性限(方法1)

$w_{Au}/\%$	535.7	1 997.1	5 419.4	9 426.7	—	—	—
$r/\%$	10.0	25.0	70.0	130.0	—	—	—
$w_{Ag}/\%$	214.1	582.7	1 626.5	2 097.9	4 849.4	9 777.3	18 035.2
$r/\%$	16.2	25.0	52.6	78.7	90.2	130.6	306.8

##### 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 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4 再现性限 (方法 1)

$w_{Au}/\%$	535.7	1 997.1	5 419.4	9 426.7	—	—	—
$R/\%$	15.0	60.0	120.0	220.0	—	—	—
$w_{Ag}/\%$	214.1	582.7	1 626.5	2 097.9	4 849.4	9 777.3	18 035.2
$R/\%$	24.5	37.8	83.4	100.0	120.0	162.2	341.1

#### 4.8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试样；
- 使用的文件 GB/T 29509.1—202×；
- 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 火焰原子吸收光谱法

#### 5.1 原理

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的含量。

#### 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 盐酸， $\rho=1.19\text{ g/mL}$ 。

5.2.2 硝酸， $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

5.2.3 盐酸，(1+1)。

5.2.4 王水：三体积盐酸 (5.2.1) 与一体积硝酸 (5.2.2) 混合，现用现配。

5.2.5 王水，(1+1)。

5.2.6 金标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 纯金 ( $w_{Au}\geq 99.99\%$ )，于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 王水 (5.2.5)，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。

注：此溶液 1 mL 含 1 mg 金。

5.2.7 金标准溶液：移取 50.00 mL 金标准贮存溶液 (5.2.6) 于 500 mL 容量瓶中，加入 50 mL 盐酸 (5.2.2)，用水稀释至刻度，混匀。

注：此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  金。

#### 5.3 仪器设备

5.3.1 原子吸收光谱仪，附金空心阴极灯。在仪器最佳工作条件下，应符合下列指标。

- 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  $\mu\text{g/mL}$ ；
- 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。

5.3.2 瓷坩埚：30 mL。

5.3.3 电子天平：感量 0.1 mg。

## 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 试样应在测定前于 100  $^{\circ}\text{C}$ ~105  $^{\circ}\text{C}$  烘干 1 h 后，置于干燥器中冷却至室温。

### 5.4.2 试料

按表 5 快速称取试样（5.4.1），应精确至 0.000 1 g。

表 5 试样量及分取体积

$w_{\text{Au}}$ g/t	试样量 g	试液分取体积 mL	稀释体积 mL	补加盐酸（5.2.3）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

## 5.5 试验步骤

### 5.5.1 空白试验

应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 测定

5.5.3.1 将试料（5.4.2）置于干燥的瓷坩埚（5.3.2）中，移入马弗炉中。马弗炉由低温缓慢升温至 650  $^{\circ}\text{C}$ ，稍开炉门，在有氧条件下于 650  $^{\circ}\text{C}$  灼烧 1 h~2 h，直至试料（5.4.2）灰化完全，取出坩埚冷却至室温。

5.5.3.2 用少量水润湿坩埚中残渣，加入 10 mL 王水（5.2.4），于水浴中蒸至近干，取下稍冷。加入 10 mL 盐酸（5.2.3），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。

5.5.3.3 按表 5 分取 5.5.3.2 所得试液于相应的容量瓶中，补加相应体积的盐酸（5.2.3），用水稀释

至刻度，混匀。

5.5.3.4 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。

5.5.4 工作曲线绘制

移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、4.00 mL 金标准溶液（5.2.7），分别置于一组 100 mL 容量瓶中，加入 10 mL 盐酸（5.2.3），以水稀释至刻度，混匀。与试液相同条件下测量标准溶液的吸光度（减去“零”浓度的吸光度），以金浓度为横坐标、吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.6 试验数据处理

按式（5）计算金的质量分数  $w_{Au}$ ：

$$w_{Au} = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V_0 \cdot V_2}{m \cdot V_1} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- $w_{Au}$  ——金的质量分数，单位为克每吨（g/t）；
- $\rho_1$  ——自工作曲线上查得试液的金浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- $\rho_0$  ——自工作曲线上查得空白试液的金浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- $V_0$  ——试液的总体积，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）；
- $V_1$  ——分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

试验结果应表示至小数点后一位。

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 6 数据采用线性内插法求得。

表 6 重复性限（方法 2）

$w_{Au}/\%$	525.9	2 014.0	5 376.6	9 446.9
$r/\%$	20.0	50.0	120.0	200.0

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 7 数据采用线性内插法求得。

表 7 再现性限（方法 2）

$w_{Au}/\%$	525.9	2014.0	5376.6	9446.9
$R/\%$	30.0	75.0	160.0	260.0

## 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；
  - 使用的文件 GB/T 29509.1—202X；
  - 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