

标准制修订编制说明

(征求意见稿)

文件名称：载金炭化学分析方法 金量和银量的测定

文件编号：GB/T 29509.1—202×

文件类别：推荐性国家标准

制定或修订：修订

计划号：20232901-T-469

起止时间：2023年12月—2024年11月

牵头单位：长春黄金研究院有限公司

一、工作简况

1.1 任务来源及分工

2022年2月18日，国家标准委下达《国家标准化管理委员会关于开展推荐性国家标准复审工作的通知》（国标委发〔2022〕10号）文件，GB/T 29509.1—2013《载金炭化学分析方法 第1部分：金量的测定》位列其中，经技术归口全国黄金标准化技术委员会组织，该标准牵头单位长春黄金研究院有限公司提出修订的复审建议意见，并提交修订标准草案与项目建议书，由TC 379按流程发起并通过委员表决后于2022年5月21日报国家标准委审核。

2023年12月28日，国家标准化管理委员会关于下达2023年国家标准的复审修订计划的通知（国标委发〔2023〕64号），立项《载金炭化学分析方法 第1部分：金量和银量的测定》推荐性国家标准修订项目，计划号20232901-T-469，技术归口全国黄金标准化技术委员会。

全国黄金标准化技术委员会组织长春黄金研究院有限公司牵头成立《载金炭化学分析方法 第1部分：金量和银量的测定》国家标准项目修订工作组，工作组对项目工作进行计划安排。起草单位、主要起草人及主要工作见表1。

表1 任务安排

项目	单位名称	主要起草人	主要工作
牵头单位	长春黄金研究院有限公司	芦新根、马丽军、刘硕、赵凯、李正旭、王菊、范茹红、孟宪伟	负责标准验证单位的协调、标准方案的审定，与标委会的沟通

			负责试验方案的设计、文本的编写、审核
			负责试验工作、报告编写、数理统计、标准文本的编制
第一验证单位	紫金矿业集团股份有限公司	陈祝海、杨志丰	负责标准第一验证工作、一验报告的编写
第二验证单位	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	刘辉、李强、张广盛、朱幸福、张金磊、乔小虎、王志强、吕慧、王继东、陈晓科、吕顺一	负责精密度试验的验证工作、提交试验报告及精密度结果

1.2 工作过程

1.2.1 预阶段（2022年5月）

工作组结合 GB/T 29509.1—2013 实施过程中行业反馈意见，检索和收集国内外相关标准和文献资料，并进行整理分析，确定本标准的修订方案。

1.2.2 起草阶段（2024年1月—2024年7月）

1.2.2.1 前期试验工作

2024年1月~4月，工作组开展了相关试验的探索，包括试验样品点位的设置，取样量的考察、灰吹温度的考察，以及加标回收率试验等。基于以上工作，标准起草组，完成方法探索试验，形成了试验方案和标准草案。

1.2.2.2 方法验证

2024年5月~6月初，组织了9家有资质的实验室进行方法一验二

验工作，于2024年6月初收回了全部的验证报告，在此基础上进行了数据的汇总和分析整理工作，并对验证单位提出的意见和建议进行了补充试验。

1.2.2.3 数据统计

2024年6月20日，完成数据统计工作，并完成标准初稿和编制说明。

1.2.2.4 标准初审

2024年6月26日，在重庆市召开的标准审查会上，对本标准进行了初审，工作组汇总审查组提出的意见并分析后对标准进行了修改，形成征求意见稿，提交黄金标委会秘书处审核。

1.2.3 征求意见阶段（2024年8月—2024年10月）

2024年8月19日，全国黄金标准化技术委员会对标准公开进行意见征求，并发送征求意见材料至60家相关单位，公示期60天。

二、标准编制原则和标准主要工作内容的确定

2.1 标准编制原则

按照GB/T 1.1—2020和GB/T 20001.4—2015的规定开展本标准的修订工作，本标准修订过程遵循以下基本原则。

1) 本标准的编制既参考国外最新和应用最广的技术方法，又考虑国内现有检测机构的检测能力和实际情况，方法的检出限和测定范围满足黄金行业对铋测定的工作要求。

2) 修订的方法准确可靠，标准的制修订过程中一切结论的获得均

有充分的科学论据给予支持。

3) 方法具有一定普遍适用性, 所用试剂价格合理, 相关仪器设备国内运用较广泛, 验证仪器覆盖市面上主流仪器设备, 易于推广使用。

2.2 新旧国家标准水平的对比

《载金炭化学分析方法 第1部分: 金量和银量的测定》国家标准各部分相关条款的主要技术内容作如下说明。

本部分与 GB/T 29509.1—2013 相比, 除结构性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)。

本项目是修订标准, 主要根据国内外黄金行业对载金炭中银量的检测要求, 结合我国仪器设备现状和检测能力现状, 进行合理修订。

现行版标准中, 载金炭化学分析方法为金量的测定, 该方法测定金的范围为 100.0 g/t~10 000 g/t, 而黄金行业很多载金炭中含有一定量的银, 根据生产实践, 火试金法对银量的测定也具有良好的富集效果, 可以在检测金后接续对银进行测定。

因此, 修订文件针对载金炭中金、银的特点, 研究了火试金重量法直接测定金量和银量的分析方法, 能够提供准确的方法指导企业实际生产、金属平衡以及贸易等。

2.3 方法研究报告

2.3.1 方法研究的目标

通过本标准的修订，使标准方法的测定范围、精密度、准确度等满足行业对载金炭中银量的测定要求。

本标准修订对载金炭中银含量在 500.0 g/t~20 000 g/t 范围的样品进行测定，满足高含量和低含量都能准确测定的要求，介绍了试验仪器、试验材料和试剂等情况，阐述了分析测定程序以及结果计算公式。

2.3.2 方法原理

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。

2.3.3 分析步骤

2.3.3.1 焙烧：称取 5 g 二氧化硅平铺于方形瓷舟，将试料覆盖在二氧化硅上，放置于低于 350 °C 的箱式电阻炉，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。

2.3.3.2 配料：称取 30 g 碳酸钠、80 g 氧化铅、10 g 硼砂、4 g 面粉于试金坩埚内，将焙烧完全的载金炭试料全部转移至其中，搅拌均匀后，覆盖约 5 mm 厚的覆盖剂。

2.3.3.3 熔融：将坩埚置于炉温为 800 °C 的箱式电阻炉内，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，将坩埚平稳地旋动数次，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。

2.3.3.4 灰吹：将铅扣放入已在 950 °C 箱式电阻炉内预热 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。

2.3.3.5 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，置于瓷坩埚中，加入 10 mL 冰乙酸，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。

2.3.3.6 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中，加入 10 mL 硝酸，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，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，移入瓷坩埚中，在加热板上烘干后退火，冷却后，将金粒放在微量天平上称量，记录称量质量 m_2 。

2.3.3.7 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，以下 2.3.3.3、2.3.3.4、2.3.3.5

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 2.3.3.4、2.3.3.5 步骤进行处理，按式 (4) 计算银的灰吹修正系数，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。

2.3.4 试验方案设计及条件试验

载金炭被定义为吸附金后的活性炭，是在黄金提取过程的中间产物，具有吸附贵金属的特性，其吸附后银含量可达几百克每吨到几万克每吨，本标准采用火试金重量法测定载金炭中银的含量。

本标准选用 7 个梯度样品作为测试样品，具体含量见表 2。

表 2 样品表

编号	1#	2#	3#	4#	5#	6#	7#
含量 (g/t)	590	2100	4850	9800	18100	210	1630

通过考察称样量、灰吹温度、配料比等条件得出最佳条件试验，通过精密度和准确度试验验证方法的可靠性。

2.3.5 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。

三、主要试验（或验证）情况分析

验证数据统计分析如下：

3.1 原始数据

所有起草单位的测定结果列于表 3。

表 3 原始数据表

载金炭化学分析方法 第 1 部分：金量和银量的测定-Ag 原始数据 (g/t)							
实验室	水平 j						
	1	2	3	4	5	6	7
1	577.6	2133.2	4832.5	9743.3	17987.8	212.2	1620.5
	587.5	2072.9	4848.1	9754.5	18303.2	210.8	1648.6
	576.8	2079.7	4909.0	9820.0	18238.9	210.7	1622.8
	589.3	2045.8	4888.6	9890.2	18160.5	205.6	1632.7
2	581.6	2077.9	4903.8	9717.5	18276.8	212.8	1619.8
	580.7	2109.2	4943.9	9812.9	18155.2	211.4	1643.0
	576.3	2138.2	4931.2	9710.4	18152.2	224.4	1624.0
	576.5	2113.7	4950.2	9840.0	17833.6	223.0	1659.0
3	574.5	2075.0	4818.8	9531.9	17978.2	218.4	1597.5
	580.2	2092.5	4726.2	9545.9	18029.5	217.5	1597.1
	573.0	2058.5	4868.3	9521.5	18187.3	212.8	1606.1
	596.8	2095.5	4741.0	9562.2	18016.3	210.6	1660.0
4	632.6	2185.4	4929.8	9788.4	18075.4	189.9	1590.0
	654.0	2204.7	4971.8	9825.2	18132.8	188.4	1622.4
	574.5	2138.6	4856.4	9775.7	18089.0	179.3	1615.9
	595.7	2175.4	4900.0	9769.5	17987.7	186.6	1633.3
5	542.4	2108.6	4858.6	9393.6	18002.3	218.6	1603.4
	550.1	2081.4	4843.8	9427.8	18038.8	222.4	1656.7
	569.6	2092.6	4880.2	9469.3	18131.3	226.1	1648.2
	562.7	2120.8	4829.7	9438.6	18086.4	215.7	1615.4
6	585.4	2124.4	4841.4	9818.6	17926.1	222.3	1594.1
	589.9	2087.4	4853.4	9870.6	18049.3	209.2	1599.2
	595.1	2124.1	4871.2	9799.0	17984.2	203.6	1606.1
	592.1	2109.3	4840.5	9858.9	17777.3	213.5	1582.9
7	577.0	2097.0	4801.0	9740.0	18010.0	220.0	1594.0
	580.0	2087.0	4810.0	9780.0	17990.0	215.0	1608.0
	575.0	2105.0	4780.0	9590.0	17800.0	208.0	1620.0
	582.0	2038.0	4835.0	9785.0	17980.0	209.0	1586.0
8	585.7	2095.5	4856.0	9767.0	18045.3	211.6	1601.3
	585.3	2134.2	4832.1	9795.7	18077.0	210.4	1645.7
	589.0	2131.8	4886.3	9751.3	18105.3	218.3	1654.3
	581.3	2112.3	4862.3	9748.3	18131.7	216.0	1624.7
9	564.2	2173.3	4872.6	9820.2	17991.9	213.3	1632.3
	573.3	2198.0	4856.4	9785.9	17843.6	227.2	1607.8
	586.5	2075.3	4869.3	9830.0	18107.3	209.3	1645.6
	592.0	2143.0	4849.6	9813.2	17786.2	218.2	1649.8

3.2 单元平均值的计算

单元平均值列于表 4 中, $n_{ij}=4$ 。

表 4 单元平均值

载金炭化学分析方法 第 1 部分: 金量和银量的测定-Ag 原始数据 (g/t)						单元平均值 (y_{ij})	
实验室 1	582.8	2082.9	4869.6	9802.0	18172.6	209.8	1631.2
实验室 2	583.8	2069.1	4887.4	9795.6	18104.5	217.9	1631.0
实验室 3	582.1	2078.2	4911.3	9810.2	18052.8	214.8	1629.6
实验室 4	582.0	2092.8	4916.9	9782.8	18071.2	207.7	1629.9
实验室 5	578.8	2109.8	4932.3	9770.2	18064.7	200.4	1636.5
实验室 6	577.0	2109.0	4911.0	9723.8	17934.2	212.2	1630.9
实验室 7	576.9	2104.9	4856.6	9657.1	17945.0	213.0	1619.4
实验室 8	576.1	2084.9	4840.9	9609.8	18089.8	214.1	1614.9
实验室 9	581.1	2080.4	4788.6	9540.4	17932.3	217.0	1615.2

3.3 单元内标准偏差 s_{ij} 的计算

单元内标准偏差列于表 5 中, $n_{ij}=4$ 。

表 5 单元标准偏差

载金炭化学分析方法 第 1 部分: 金量和银量的测定-Ag 原始数据 (g/t)						单元内离散度 (S_{ij})	
实验室 1	6.5161	36.5912	35.3648	67.8360	136.3201	2.8987	12.7808
实验室 2	2.7681	24.7638	27.5768	76.0117	189.6663	6.7459	12.9785
实验室 3	10.9006	17.1580	23.3780	70.9380	92.2507	3.7366	10.5111
实验室 4	35.7781	54.2851	25.2057	85.5309	60.8459	12.2155	10.2675
实验室 5	46.9877	17.3631	21.5925	65.9511	56.1872	13.0826	18.1074
实验室 6	4.0836	17.4228	14.3137	139.5784	116.0908	7.8878	26.4524
实验室 7	3.1091	30.0818	22.7816	91.4125	97.4679	5.5976	29.2473
实验室 8	3.1542	18.1733	22.2761	21.6929	37.1481	3.7053	29.6752
实验室 9	12.6066	25.5566	10.8131	18.9162	145.3617	7.7128	30.1703

3.4 测定结果的一致性和离群值的检查

3.4.1 柯克伦检验

$n=4$, $p=9$, 柯克伦检验 5% 临界值为 0.403; 1% 临界值为 0.481。

柯克伦检验结果见表 6。

表 6 柯克伦检验结果表

水平 1 统计值	水平 2 统计值	水平 3 统计值	水平 4 统计值	水平 5 统计值	水平 6 统计值	水平 7 统计值
0.381	0.328	0.292	0.445*	0.333	0.265	0.216
*统计歧离值。 ** 统计离群值。						

由表 20 可知，水平 4 的有一个歧离值，无离群值，经研究保留所有数据进入下一步计算中。

3.4.2 格拉布斯检验

$n=4$, $p=9$, 格拉布斯检验 5% 临界值为 2.215; 1% 临界值为 2.387。

格拉布斯检验结果见表 7。

表 7 格拉布斯检验结果

格拉布斯 检验	水平 1 统计值	水平 2 统计值	水平 3 统计值	水平 4 统计值	水平 5 统计值	水平 6 统计值	水平 7 统计值
最大值	1.635	2.658**	2.163	1.148	1.837	1.847	1.137
最小值	0.852	2.269*	4.588**	1.751	2.178	2.089	1.320
*统计歧离值。 ** 统计离群值。							

由表 21 可知，水平 2 和水平 3 分别有一个离群值，水平 2 有一个歧离值，经研究并依据具体的实际情况保留所有数据进入下一步计算中。

3.4.3 重复性限 r 和再现性限 R 的计算

重复性限 r 和再现性限 R 计算结果见表 8。

表 8 复性限 r 和再现性限 R 计算结果表

水平 j	p_j	m_j	s_{rj}	r	s_{Rj}	R
1	7	582.7	8.5781	25.0	8.3706	37.8
2	7	2097.9	24.1625	78.7	26.3665	100.0
3	7	4849.4	24.7244	90.2	29.7310	120.0

4	7	9777.3	55.9134	130.6	57.9122	162.2
5	7	18035.2	109.5622	306.8	121.8273	341.1
6	7	214.1	5.7896	16.2	5.7373	24.5
7	7	1626.5	21.6579	52.6	22.9196	83.4

四、标准涉及专利说明

本标准不涉及专利。

五、采用国际标准和国外先进标准情况，与国际、国外同类标准水平的对比情况，国内外关键指标对比分析与测试的国外样品、样机的相关数据对比情况

在项目调研初期，工作组得到的广大黄金企业反馈，对于载金炭中银量的测定方法需求非常迫切，在验证阶段也得到了企业的大力支持，本标准化文件的实施将有助于解决载金炭中不同含量银量的测定方法，解决了企业的应用难题，同时也为企业工艺的优化，金属平衡等提供技术支持。

目前载金炭检测银量的标准中，只有 GB/T 29509.2—2013 火焰原子吸收光谱法测定银量，该方法测定范围为 10.0 g/t~2500 g/t，而载金炭中往往大于该方法的测定范围。本标准经过调研后结合实际情况，同时结合国家标准的测定原理，修订了符合行业的测定方法。

经比较，本标准化文件技术内容科学合理、切实可行，标准的总体技术水平属国际先进水平。本文件在修订过程中未查到同类国际标准，本文件主要对照和参考了 GB/T 29509.1—2013 的内容，总体技术水平属于国际先进水平。

六、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

本标准与有关现行法律、法规、规章及相关标准协调一致，没有冲突。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在修订过程中未出现重大分歧意见。

八、作为强制性标准或推荐性标准的建议

建议本标准作为推荐性国家标准发布实施。

九、贯彻标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过渡办法等内容）

建议本标准在批准发布 6 个月后实施。

本文件发布后，应向黄金行业生产单位进行宣贯，向所有从事黄金检测工作的相关人员推荐执行本文件。

十、废止现行有关标准的建议

本标准化文件代替现行版本 GB/T 29509.1—2013《载金炭化学分析方法 第 1 部分：金量的测定》。

十一、其他应予说明的事项

无。