



中华人民共和国国家标准

GB/T 29509.1—2013

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

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

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



GB/T 29509.1—2013

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

3.7 精密度

3.7.1 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),超过重复性限(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。

表5 重复性限 单位为克每吨

金的质量分数	525.9	2 014.0	5 376.6	9 446.9
重复性限(r)	20.0	50.0	120.0	200.0

3.7.2 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),超过再现性(R)的情况不超过5%,再现性(R)按表6数据采用线性内插法求得。

表6 再现性限 单位为克每吨

金的质量分数	525.9	2 014.0	5 376.6	9 446.9
再现性限(R)	30.0	75.0	160.0	260.0

3.8 质量控制和保证

应用国家级或行业级标准样品(当两者没有时,也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。

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。

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。

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 铝箔(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。