



中华人民共和国国家标准

GB/T 20899.9—2025

代替 GB/T 20899.9—2007

金矿石化学分析方法 第9部分: 碳量的测定

Methods for chemical analysis of gold ores—
Part 9: Determination of carbon content

2025-06-30 发布

2026-01-01 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	4
4.6 试验数据处理	4
4.7 精密度	5
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	6
5.3 仪器设备	6
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 20899《金矿石化学分析方法》的第 9 部分。GB/T 20899 已经发布了以下 14 个部分:

- 第 1 部分:金量的测定;
- 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:锑量的测定;
- 第 12 部分:砷、汞、镉、铅和铋量的测定 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。
- 第 15 部分:铜、铅、锌、银、铁、锰、镍、钴、铝、铬、镉、锑、铋、砷、汞、硒、钡和铍量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本文件代替 GB/T 20899.9—2007《金矿石化学分析方法 第 9 部分:碳量的测定》,与 GB/T 20899.9—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、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司、内蒙古太平矿业有限公司、长春国检(济源)检测科技有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、山东黄金地质矿产勘查有限公司、深圳市金质金银珠宝检验研究中心有限公司、国投金城冶金有限责任公司、山东黄金矿业科技有限公司选冶实验室分公司、河南黄金产业技术研究院有限公司、江西三和金业有限公司、长春黄金研究院烟台贵金属材料研究所有限公司、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、杨星、关国军、张越、王夏、孙珂、张维滨、赵可迪、李彦红、逢文好、任丽芳、穆岩、林翠芳、杜媛媛、李倩倩、秦广林、李建政、陈宇、邬帅、周旭亮、刘鹏、王少熙、杨玲、李延吉、陈晓科。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

- GB/T 20899.9—2007;
- 本次为第一次修订。

引　　言

GB/T 20899《金矿石化学分析方法》旨在帮助黄金工矿企业准确了解金矿石的有价元素及杂质含量,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 20899 拟由 14 个部分构成。

- 第 1 部分:金量的测定。目的在于规定金矿石中金量测定的火试金重量法、火试金富集-火焰原子吸收光谱法、活性炭富集-火焰原子吸收光谱法、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。目的在于规定金矿石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。目的在于规定金矿石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。目的在于规定金矿石中铜量测定的火焰原子吸收光谱法和硫代硫酸钠滴定法及各方法适用的测定范围。
- 第 5 部分:铅量的测定。目的在于规定金矿石中铅量测定的火焰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。目的在于规定金矿石中锌量测定的火焰原子吸收光谱法及适用的测定范围。
- 第 7 部分:铁量的测定。目的在于规定金矿石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。目的在于规定金矿石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。目的在于规定金矿石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:锑量的测定。目的在于规定金矿石中锑量测定的火焰原子吸收光谱法和硫酸铈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。目的在于规定金矿石中砷、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。目的在于规定金矿石中铅、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。目的在于规定金矿石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:铜、铅、锌、银、铁、锰、镍、钴、铝、铬、镉、锑、铋、砷、汞、硒、钡和铍量的测定 电感耦合等离子体质谱法。目的在于规定金精矿中铜、铅、锌、银、铁、锰、镍、钴、铝、铬、镉、锑、铋、砷、汞、硒、钡和铍量测定的电感耦合等离子体质谱法及适用的测定范围。

金矿石化学分析方法

第9部分:碳量的测定

1 范围

本文件规定了金矿石中碳量的测定方法。

本文件适用于金矿石中碳量的测定。方法1非水滴定法测定范围:0.10%~5.00%;方法2高频燃烧红外吸收法测定范围:0.02%~5.00%。

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 治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

试料在1200℃~1250℃氧气流中燃烧,以氧化铜为助溶剂,使碳转化成二氧化碳,以过氧化氢和活性二氧化锰为除硫剂,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 氧化铜:粉状。

4.2.3 无水乙醇。

4.2.4 硫酸: $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ 。

4.2.5 过氧化氢: $\varphi = 30\%$ 。

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 活性二氧化锰浆(1000 g/L):称取50 g活性二氧化锰粉末于洗气瓶中,加入50 mL蒸馏水。

4.2.8 吸收溶液:氢氧化钾标准溶液[$c(\text{KOH}) \approx 0.03 \text{ mol/L}$]。将30 mL乙醇胺溶于970 mL无水乙醇(4.2.3)中,加入1.5 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。

4.2.9 氢氧化钾标准滴定溶液：

- a) 配制:同 4.2.8。
 - b) 标定:两人分别准确称取四份 0.100 0 g 预先在 100 ℃～105 ℃ 烘至恒重的碳酸钙(4.2.1), 置于预先在 1 000 ℃ 高温炉中灼烧过的瓷舟中, 加入约 0.2 g 氧化铜(4.2.2), 以下操作按 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 :

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);

1 000——升与毫升的转换系数,无量纲;

V_1 ——标定时,滴定消耗氢氧化钾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),($M=100.09$)。

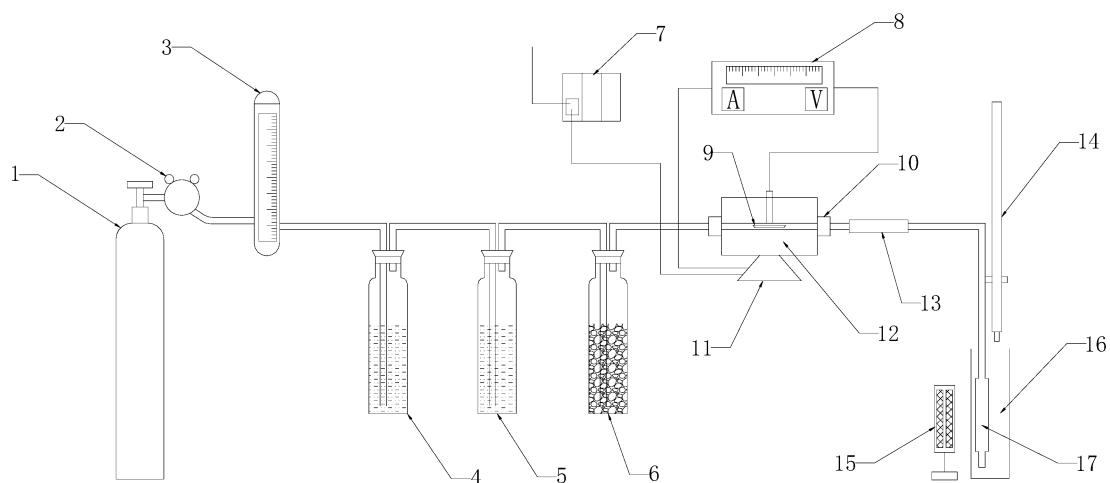
测定值保留4位有效数字,其极差值不大于 5×10^{-4} mol/L时,取其平均值,否则重新标定。

氢氧化钾标准滴定溶液每隔 14 天应重新标定 1 次。

4.2.10 变色硅胶。

4.3 仪器设备

- 4.3.1 电子天平:分度值 0.000 1 g。
 - 4.3.2 高温管式电炉:附带范围在 0 ℃~1 600 ℃间的温度控制器,电炉最高温度 1 350 ℃。
 - 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 ℃~1 250 ℃充分燃烧。
 - 4.3.5 瓷舟:长 88 mm,使用前应在 1 000 ℃预先灼烧 1 h。
 - 4.3.6 玻璃量器:应使用符合国家标准的 A 级品。
 - 4.3.7 碳量的测定装置见图 1。



标引序号说明：

- 1——氧气瓶；
 2——减压阀；
 3——转子流量计(4.3.3)；
 4——洗气瓶 a: 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 b: 内装硫酸(4.2.4), 液面高约 1/3 瓶高；
 6——干燥塔 c: 内装变色硅胶(4.2.10)；
 7——电源；
 8——温度控制器；
 9——瓷舟(4.3.5)；
 10——橡胶塞；
 11——高温管式电炉(4.3.2)；
 12——锥形瓷管(4.3.4)；
 13——乳胶管(后端洗气瓶接口处)；
 14——碱式滴定管；
 15——照明灯；
 16——150 mL 气体吸收瓶；
 17——多孔气体扩散管。

图 1 非水滴定法测定碳量的装置示意图

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

用电子天平(4.3.1)按表 1 称取试样, 试料精确至 0.000 1 g。

表 1 试料质量

碳质量分数 %	试料量 g
>0.10~0.50	0.50
>0.50~2.00	0.20
>2.00~5.00	0.10

4.5 试验步骤

4.5.1 空自试验

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(4.3.2)电源,逐渐加大电压,使炉温升至1250℃。在二氧化碳吸收瓶中加入吸收溶液(4.2.8),使吸收液的液面距离气体扩散管下端100mm。在通气的条件下检查装置的气密性。调节氧气流量为0.2L/min,打开气体吸收瓶处的照明灯,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滴定溶液(4.2.9)滴定至出现稳定的亮蓝色并能保持1min,即为终点,不记读数。

若试料中硫含量高于 0.20% 时,在装置图中燃烧管出口 13(见图 1)处接上过氧化氢(4.2.5)洗气瓶和活性二氧化锰浆(4.2.7)洗气瓶作为除硫剂。当观察到吸收溶液(4.2.8)出现浑浊时,应更换洗气瓶中的过氧化氢(4.2.5)和活性二氧化锰浆(4.2.7)。

4.5.3.2 按表 1 称取试样, 覆盖约 0.2 g 氧化铜(4.2.2), 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滴定溶液(4.2.9), 近终点时, 每次滴入 0.10 mL~0.20 mL 氢氧化钾标准滴定溶液, 待吸收溶液(4.2.8)混合至均匀的蓝色后继续滴定, 当吸收溶液(4.2.8)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 :

式中：

w_C —— 碳的质量分数, %;

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 ——滴定试料溶液消耗氢氧化钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——滴定空白溶液消耗氢氧化钾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);

1 000 ——升与毫升的转换系数,无量纲。

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或外延法求得。

表2 重复性限(方法1)

$w_C / \%$	0.14	0.44	0.97	2.00	2.99	4.89
$r / \%$	0.04	0.05	0.09	0.12	0.15	0.19

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或外延法求得。

表3 再现性限(方法1)

$w_C / \%$	0.14	0.44	0.97	2.00	2.99	4.89
$R / \%$	0.06	0.13	0.16	0.17	0.22	0.24

4.8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容:

- 试样本身必要的详细说明;
- 所使用的文件 GB/T 20899.9—2025;
- 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 纯铁: $w_c < 0.0005\%$, 粒度小于 1.25 mm。
- 5.2.2 纯钨: $w_c < 0.0005\%$, 粒度小于 0.63 mm。
- 5.2.3 高纯氧气: 体积分数不小于 99.9%。
- 5.2.4 动力气源: 氮气, 体积分数不小于 99.9%。
- 5.2.5 标准物质: 碳成分分析标准物质。

5.3 仪器设备

- 5.3.1 电子天平, 分度值 0.0001 g。
- 5.3.2 高频红外碳硫分析仪。
- 5.3.3 坩埚: 高频红外碳硫分析仪配用。
- 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 ℃~105 ℃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, 用电子天平(5.3.1)按表 4 称取, 试料精确至 0.0001 g。

表 4 试料质量

碳质量分数 %	试料量 g
$>0.02\sim0.50$	0.30
$>0.50\sim2.00$	0.20
$>2.00\sim5.00$	0.10

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 标准曲线的绘制

按表 4 称取标准物质,每个区间的标准物质不少于 3 个,置于经 1 000 ℃ 马弗炉中灼烧 1 h 后的空白坩埚(5.3.3)内,加入 0.3 g~0.6 g 的纯铁(5.2.1)助熔剂,再覆盖 1.5 g~2 g 纯钨(5.2.2)助熔剂。将坩埚置于高频红外碳硫仪(5.3.2)的坩埚托上,按 5.5.4 步骤进行测定,测定完成后,绘制标准曲线并存储数据。

5.5.4 测定

5.5.4.1 开启高频红外碳硫仪(5.3.2),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 1 000 ℃ 马弗炉中灼烧 1 h 后的空白坩埚(5.3.3)内,加入 0.3 g~0.6 g 纯铁(5.2.1)助熔剂,再覆盖 1.5 g~2 g 纯钨(5.2.2)助熔剂,将坩埚置于高频红外碳硫仪(5.3.2)的坩埚托上进行测定。

5.6 试验数据处理

根据吸收能与碳的浓度关系,从标准曲线上得出碳量。

当碳量小于 0.10% 时,计算结果表示至小数点后 3 位;当碳量大于或等于 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或外延法求得。

表 5 重复性限(方法 2)

$w_c / \%$	0.026	0.083	0.12	0.37	0.95	1.95	4.79
$r / \%$	0.003	0.009	0.02	0.03	0.05	0.06	0.10

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或外延法求得。

表 6 再现性限(方法 2)

$w_c / \%$	0.026	0.083	0.12	0.37	0.95	1.95	4.79
$R / \%$	0.010	0.015	0.03	0.05	0.07	0.12	0.20

5.8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试样本身必要的详细说明；
 - 所使用的文件 GB/T 20899.9—2025；
 - 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。
-

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

金矿石化学分析方法

第9部分:碳量的测定

GB/T 20899.9—2025

*

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(100029)

网址:www.spc.net.cn

服务热线:400-168-0010

2025年6月第1版

*

书号:155066·1-79447

版权专有 侵权必究



GB/T 20899.9—2025