



中华人民共和国国家标准

GB/T 32992—2016

活性炭吸附金容量及速率的测定

Determination of gold adsorption capacity and rate of activated carbon

2016-10-13 发布

2017-09-01 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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国黄金标准化技术委员会(SAC/TC 379)提出并归口。

本标准负责起草单位：紫金矿业集团股份有限公司。

本标准参加起草单位：长春黄金研究院、厦门紫金矿冶技术有限公司、北京矿冶研究总院、山东国大黄金股份有限公司、灵宝黄金股份有限公司黄金冶炼分公司、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司。

本标准主要起草人：夏珍珠、陈祝海、林常兰、龙秀甲、俞金牛、陈永红、洪博、高振广、刘海波、刘永玉、张琳、王辉、孔令强、杜翔、宋耀远、胡站锋、刘成祥。

活性炭吸附金容量及速率的测定

警告：本标准使用氰化钠，属剧毒化学品，提醒使用者注意安全操作，废液应做妥善安全处理。

1 范围

本标准规定了湿法提金工艺中所用椰壳活性炭吸附金容量及速率的测定方法。

本标准适用于湿法提金工艺中所用椰壳活性炭吸附金容量及速率的测定，适用于活性炭吸附金性能的评价。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1

Freundlich 吸附等温线 Freundlich adsorption isotherm

在恒定温度下，单位质量吸附剂所吸附组分的量与该组分的平衡浓度的关系曲线，符合 Freundlich 吸附方程，见式(1)。

$$Q = kc^{\frac{1}{n}} \text{ 或 } \lg Q = \frac{1}{n} \lg c + \lg k \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

Q ——吸附平衡时单位质量吸附剂所吸附组分的量；

c ——吸附平衡时被吸附组分的浓度；

k, n ——常数。

2.2

吸附容量 adsorption capacity

在一定温度、浓度或压力下，单位质量吸附剂对某一流体或流体混合物中给定组分的吸附量。本标准中，活性炭吸附金容量指在吸附平衡时金浓度为 $1.0 \mu\text{g/mL}$ 单位质量活性炭所吸附金的量。

2.3

吸附速率 adsorption rate

在一定温度、浓度或压力下，单位质量吸附剂在单位时间内所吸附给定组分的量。本标准中，活性炭吸附金速率指在金浓度为 $10.0 \mu\text{g/mL}$ 的溶液中单位质量活性炭吸附 60 min 所吸附金的量。

3 吸附金容量的测定

3.1 方法提要

在恒温条件下，试料在一定浓度的含金溶液中进行吸附平衡后，用原子吸收光谱仪测定吸附余液中金浓度，绘制 Freundlich 吸附等温线，计算得到活性炭吸附金容量。

3.2 试剂

除非另有说明，在分析中均使用分析纯的试剂和去离子水或相当纯度的水。

3.2.1 海绵金：质量分数 $\geq 99.99\%$ 。

3.2.2 氰化钠:化学纯。

3.2.3 氢氧化钠。

3.2.4 盐酸: $\rho=1.19\text{ g/mL}$ 。

3.2.5 硝酸: $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

3.2.6 盐酸(1+1)。

3.2.7 混合酸(硝酸+盐酸+水=1+3+4)。

3.2.8 过氧化氢:30%。

3.2.9 氢氧化钠溶液($\text{pH}\approx 11.5$):称取 0.15 g 氢氧化钠(3.2.3)置于 2 000 mL 烧杯中,加入 1 000 mL 水,使溶解完全,调节溶液使 pH 在 11.5 左右。

3.2.10 氰化钠溶液(110 g/L):称取 5.5 g 氰化钠(3.2.2),加入 50 mL 氢氧化钠溶液(3.2.9),搅拌溶解。

3.2.11 氰化钠溶液(0.55 g/L):称取 0.55 g 氰化钠(3.2.2),加入 1 000 mL 氢氧化钠溶液(3.2.9),搅拌溶解。

3.2.12 金标准溶液 A($100.0\text{ }\mu\text{g/mL}$):称取 0.100 0 g 纯金(3.2.1)于 50 mL 烧杯中,加入 2 mL 氰化钠溶液(3.2.10),加入 5 mL~10 mL 氢氧化钠溶液(3.2.9),置于磁力搅拌器上,在搅拌及低温加热(溶液温度不得高于 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$)条件下缓慢地间隔时间逐滴加入过氧化氢(3.2.8)约 0.5 mL,使金完全溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中,用氢氧化钠溶液(3.2.9)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 $100\text{ }\mu\text{g}$ 金。

3.3 仪器和设备

3.3.1 电热恒温鼓风干燥箱。

3.3.2 分析天平:感量 0.000 1 g 。

3.3.3 恒温振荡器:温度 $4\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、转速 $30\text{ r/min}\sim 250\text{ r/min}$ 。

3.3.4 一次性注射器。

3.3.5 针头式过滤器:孔径 $0.45\text{ }\mu\text{m}$,水系膜。

3.3.6 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 $0.078\text{ }\mu\text{g/mL}$;

——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。

3.4 试样

3.4.1 样品粒度应不大于 0.074 mm 。

3.4.2 将样品置于称量瓶中,在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 105\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干 1 h 后,置于干燥器中冷却至室温,立即进行称量步骤(3.5.2)。

3.5 测定步骤

3.5.1 分别移取 150.00 mL 金标准溶液 A(3.2.12)于一组 250 mL 锥形瓶中,作为吸附溶液。

3.5.2 快速称取试样 0.10 g、0.20 g、0.50 g、0.75 g、1.00 g(精确至 0.000 1 g),分别于锥形瓶(3.5.1)中,摇动使试样完全浸泡于吸附溶液中,密封瓶口。置于恒温振荡器上(3.3.3),调节振荡器转速至 200 r/min ,控制温度为 $30\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$,持续振荡 16 h。

3.5.3 逐一取出锥形瓶,立即用针头式过滤器(3.3.5)过滤吸附后溶液,移取 5.00 mL 滤液于 50 mL 烧杯。

3.5.4 加入 5 mL 混合酸(3.2.7),置于电热板上,加热蒸发至近干。取下稍冷,加入 10 mL 盐酸(3.2.6),加热使盐类溶解。冷却后将溶液移入 100 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。

警告:此步骤操作应在通风橱内进行,穿戴好安全防护用品。

3.5.5 于原子吸收光谱仪在波长 242.8 nm 处,使用空气-乙炔火焰,以“零”浓度溶液调零,测量试液(3.5.4)的吸光度,从工作曲线上查出试液中相应金的浓度。

3.5.6 工作曲线绘制

分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 金标准溶液 A(3.2.12)于一组 50 mL 烧杯,加入 1 mL 氰化钠溶液(3.2.11),用少量水冲洗烧杯内壁。以下按 3.5.4 步骤操作。在与试液相同测定条件下,以“零”浓度溶液调零,测量系列标准溶液的吸光度。以金的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

3.6 结果计算

3.6.1 吸附溶液中金的浓度

吸附平衡后溶液中金的浓度(c_e)按式(2)计算:

$$c_e = \frac{\rho \cdot V_1}{V_0} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c_e ——吸附平衡后溶液中金的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ ——自工作曲线上查得试液中金的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_1 ——试液(3.5.4)的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——移取滤液(3.5.3)的体积,单位为毫升(mL)。



3.6.2 吸附金量

试样吸附金量按式(3)计算:

$$Q_e = \frac{(100.0 - c_e)V}{m} \times 10^{-3} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

Q_e ——试样吸附金量,单位为克每千克(g/kg);

c_e ——吸附平衡后溶液中金的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——吸附溶液(3.5.1)的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

3.6.3 吸附金容量

分别对 Q_e 和 c_e 取对数,以 $\lg c_e$ 为横坐标, $\lg Q_e$ 为纵坐标,绘制 Freundlich 吸附等温线,拟合 Freundlich 吸附等温方程,见式(4):

$$\lg Q_e = \frac{1}{n} \lg c_e + \lg k \quad \dots\dots\dots (4)$$

根据式(4),当吸附液平衡浓度 c_e 为 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 时所对应的 Q_e 值,此 Q_e 值即为试样吸附金容量,单位为克每千克(g/kg)。

所得结果表示至两位小数。拟合方程的相关系数应不小于 0.99,试验结果有效。

3.7 精密度

同实验室内两个平行测定结果的相对标准偏差应不大于 11.6%。

两个实验室间测定结果的相对标准偏差应不大于 13.6%。

3.8 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试样；
- 使用的标准(GB/T 32992—2016)；
- 试验项目；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 试验中观察到的异常现象；
- 试验日期。

4 吸附金速率的测定

4.1 方法提要

在恒温条件下,试料在一定浓度的含金溶液中吸附 60 min 后,用原子吸收光谱仪测定吸附余液中金浓度,计算得到活性炭吸附金速率。

4.2 试剂

4.2.1 除以下试剂,其余所用试剂见 3.2。

4.2.2 金标准溶液 B(10.0 $\mu\text{g/mL}$):移取 100 mL 金标准溶液 A(3.2.12)至 1 000 mL 容量瓶中,加入 1.5 mL 氰化钠溶液(3.2.10),用氢氧化钠溶液(3.2.9)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 金。

4.3 仪器和设备

所用仪器和设备见 3.3。

4.4 试样

4.4.1 样品粒度应不大于 0.074 mm。

4.4.2 将样品置于称量瓶中,在 100 $^{\circ}\text{C}$ ~105 $^{\circ}\text{C}$ 烘干 1 h 后,置于干燥器中冷却至室温,立即进行称量步骤(4.5.2)。

4.5 测定步骤

4.5.1 移取 250.00 mL 金标准溶液 B(4.2.2)于 500 mL 锥形瓶中,作为吸附溶液,密封瓶口。将锥形瓶置于恒温振荡器(3.3.3)上,调节转速至 200 r/min,控制温度为 30 $^{\circ}\text{C}$ $\pm$ 1 $^{\circ}\text{C}$,恒温 30 min。

4.5.2 准确称取 0.400 0 g $\pm$ 0.001 0 g 试样,迅速加入锥形瓶中,摇动使试样完全浸泡于吸附溶液中,密封瓶口。立即置于恒温振荡器(3.3.3)上,调节转速至 200 r/min,控制温度为 30 $^{\circ}\text{C}$ $\pm$ 1 $^{\circ}\text{C}$,振荡 60 min。

4.5.3 用针头式过滤器(3.3.5)过滤吸附后溶液,移取 10.00 mL 滤液于 50 mL 烧杯。

4.5.4 加入 5 mL 混合酸(3.2.7),置于电热板上,加热蒸发至近干。取下稍冷,加入 5 mL 盐酸(3.2.6),加热使盐类溶解。冷却后将溶液移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.5.5 于原子吸收光谱仪在波长 242.8 nm 处,使用空气-乙炔火焰,以“零”浓度溶液调零,测量试液(4.5.4)的

吸光度,从工作曲线上查出试液中相应金的浓度。

4.5.6 工作曲线绘制

分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 金标准溶液 A(3.2.12)于一组 50 mL 烧杯,加入 1 mL 氰化钠溶液(3.2.11),用少量水冲洗烧杯内壁。加入 5 mL 混合酸(3.2.7),置于电热板上,加热蒸发至干。取下稍冷,加入 10 mL 盐酸(3.2.6),加热使盐类溶解。冷却后将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。在与试液相同测定条件下,以“零”浓度溶液调零,测量系列标准溶液的吸光度。以金的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

4.6 结果计算

4.6.1 吸附后溶液中金的浓度

吸附后溶液中金的浓度(c_t)按式(5)计算:

$$c_t = \frac{\rho \cdot V_1}{V_0} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

c_t ——吸附后溶液中金的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ ——自工作曲线上查得试液中金的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V_1 ——测定溶液(4.5.4)的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——移取滤液(4.5.3)的体积,单位为毫升(mL)。

4.6.2 吸附金速率

试样吸附金速率按式(6)计算:

$$Q_t = \frac{(10.0 - c_t)V}{m} \times 10^{-3} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

Q_t ——试样吸附金速率,单位为克每千克(g/kg);

c_t ——吸附后溶液中金的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——吸附溶液(4.5.1)体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

所得结果表示至两位小数。

4.7 精密度

同实验室内两个平行测定结果的相对标准偏差应不大于 3.5%。

两个实验室间测定结果的相对标准偏差应不大于 6.8%。

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;

——使用的标准(GB/T 32992—2016);

——试验项目;

——分析结果及其表示;

GB/T 32992—2016

- 与基本分析步骤的差异；
 - 试验中观察到的异常现象；
 - 试验日期。
-

