

中华人民共和国国家标准

合质金化学分析方法 碘量法测定铜量

GB/T 15249.3—94

Crude Gold—Determination of copper content
—Iodometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了合质金中铜含量的测定方法。

本标准适用于合质金(矿金、冶炼粗金产品和回收金等)中铜含量的测定。测定范围:0.5%~30%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

称取一定重量的被测试的合质金试料,用稀硝酸、盐酸分解,以氯化银沉淀分离银,以亚硫酸还原金离子成单体金,分离金、银后,加入硫酸冒三氧化硫烟,以驱除氮的氧化物,用稀氨水调节酸度,氟化氢铵掩蔽铁,在 pH3.0~4.0 的微酸性溶液中,铜(Ⅰ)与碘化钾作用游离出碘,再以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定。

4 试剂

4.1 碘化钾。

4.2 氟化氢铵。

4.3 硫氰酸钾。

4.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.6 硝酸(1+1)。

4.7 硫酸(1+1)。

4.8 亚硫酸(ρ 1.03 g/mL)。

4.9 氨水(1+1)。

4.10 淀粉溶液(5 g/L)。

4.11 铜标准溶液:称取 1.000 0 g 铜(99.99%)置于 300 mL 烧杯中,缓缓加入 40 mL 硝酸(4.6),盖上表皿,加热至完全溶解,取下,用水洗涤表皿及杯壁,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液含铜 1 mg/mL。

4.12 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.016 \text{ mol/L}$]。

4.12.1 配制:称取 4 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)置于 300 mL 烧杯中,加入煮沸过的冷蒸馏水溶