

7.4.3 吹气

于试液(7.4.2.1)或(7.4.2.2)中,插入吹气管,在吹气装置上吹气(钯合金试液的气流量为每杯1.5 L/min,铂合金试液的气流量为每杯1 L/min)。先吹气10 min,用约10 mL水冲洗量筒壁和吹气管,再吹气10 min,取下。试液转入100 mL烧杯中,用约5 mL水冲洗吹气管和量筒,重复三次。

7.4.4 滴定

将试液(7.4.3)置于电流滴定装置上,插入铂指示电极和饱和甘汞电极。选定电位为+0.5 V。开动磁力搅拌器,先用移液管加20.00 mL硫酸亚铁标准滴定溶液,滴定大部分铱(IV),再用微量滴定管滴定剩余的铱(IV)。以硫酸亚铁标准滴定溶液的体积对相应的电流值作图,将两直线外推,交点所对应的体积为滴定的终点。

8 分析结果的计算

按式(2)计算铱的质量分数  $w_{Ir}$ ,数值以%表示:

$$w_{Ir} = \frac{c \times V_1 \times V_3 \times 192.20}{m_0 \times V_2} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $c$ ——硫酸亚铁标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V_1$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- $V_2$ ——分取试液体积,单位为毫升(mL);
- $V_3$ ——滴定试液所消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);

192.20——铱的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

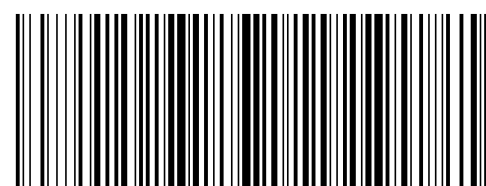
所得结果应表示至二位小数。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2 %

铱的质量分数	允许差
5.00~9.00	0.03
>9.00~11.00	0.04
>11.00~17.00	0.05
>17.00~19.00	0.07
>19.00~24.00	0.08
>24.00~26.00	0.10
>26.00~30.00	0.12



GB/T 15072.6-2008

版权专有 侵权必究

书号:155066·1-31608

定价: 10.00 元



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15072.6—2008  
代替 GB/T 15072.6—1994

## 贵金属合金化学分析方法 铂、钯合金中铱量的测定 硫酸亚铁电流滴定法

Test method of precious metal alloys—Determination of iridium contents for platinum, palladium alloys—Electricity titration with ferrous sulfate

2008-03-31 发布

2008-09-01 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

GB/T 15072.6—2008

中华人民共和国  
国家标准  
贵金属合金化学分析方法  
铂、钯合金中铱量的测定  
硫酸亚铁电流滴定法  
GB/T 15072.6—2008

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn  
电话:68523946 68517548

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 0.5 字数 11 千字  
2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-31608 定价 10.00 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)68533533

5.4 恒温磁力搅拌器。

6 试样

样品加工成碎屑,用丙酮去除油污,用水洗净、烘干、混匀。

7 分析步骤

7.1 试料

按表1称取试样,精确至0.000 01 g。试液稀释体积为100 mL,分取体积为20.00 mL。

表 1

铱的质量分数/%	试料/g	铱的质量分数/%	试料/g
5.00~6.50	0.500	>17.50~18.50	0.139 0
>6.50~7.50	0.357 0	>18.50~19.50	0.132 0
>7.50~8.50	0.313 0	>19.50~20.50	0.125 0
>8.50~9.50	0.278 0	>20.50~21.50	0.119 0
>9.50~10.50	0.250 0	>21.50~22.50	0.114 0
>10.50~11.50	0.227 0	>22.50~23.50	0.109 0
>11.50~12.50	0.208 0	>23.50~24.50	0.104 0
>12.50~13.50	0.192 0	>24.50~25.50	0.100 0
>13.50~14.50	0.179 0	>25.50~26.50	0.096 0
>14.50~15.50	0.167 0	>26.50~27.50	0.093 0
>15.50~16.50	0.156 0	>27.50~28.50	0.089 0
>16.50~17.50	0.147 0	>28.50~30.00	0.086 0

7.2 测定次数

独立进行两次测定,取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 溶解

试料按YS/T 371附录A的规定溶解。试液转入100 mL容量瓶中,加30 mL盐酸(4.3),冷却至室温,用水稀释至刻度。混匀。

7.4.2 试液处理

7.4.2.1 移取钯合金试液20.00 mL于100 mL烧杯中,于电炉上低温蒸发至2 mL(不能蒸干),取下。加40 mL盐酸(4.5)和活性铜粉(4.1),将烧杯放入恒温磁力搅拌器上面的水浴皿中,在50℃~60℃的水浴中加热搅拌30 min,取下。试液用脱脂棉滤入200 mL烧杯中,用盐酸(4.5)洗涤烧杯和沉淀各四次。滤液于电炉上低温蒸发至5 mL,加10 mL盐酸(4.3),2 mL氯酸钠溶液(4.8),盖上表面皿,再煮沸至5 mL,取下。试液转入100 mL量筒中,用6 mL盐酸(4.3)分三次滴洗烧杯壁和表面皿,再用水冲洗四次,每次约2.5 mL。加1 mL氯酸钠溶液(4.8),混匀。静置约10 min,加20 mL硫酸(4.6)。

7.4.2.2 移取铂合金试液20.00 mL于100 mL量筒中,加8 mL盐酸(4.3)、5 mL硫酸(4.6)和0.2 mL饱和氯化钠溶液(4.7),加水至体积约35 mL。

移取 20.00 mL 铈标准溶液三份,分别置于 100 mL 量筒中,加 0.5 mL 氯酸钠溶液,4 mL 盐酸(4.3),混匀,静置约 10 min。加 0.2 mL 氯化钠饱和溶液,5 mL 硫酸(4.6),加水至总体积约 35 mL。插入吹气管,于吹气装置上吹气 10 min[气流量约每杯 1 L/min]。用约 10 mL 水冲洗吹气管和量筒壁,再吹气 10 min。取下,溶液转入 100 mL 烧杯中。用约 5 mL 水冲洗吹气管和量筒。重复三次。

在上述溶液中,插入铂指示电极和饱和甘汞电极,选定电位为 +0.5 V。开动磁力搅拌器,先用移液管加 20.00 mL 硫酸亚铁标准滴定溶液。再用微量滴定管滴定剩余的铈(IV)。电流指示,作图法求终点。平行标定所消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液体积的极差不应超过 0.05 mL,取其平均值。

按式(1)计算硫酸亚铁标准滴定溶液的实际浓度:

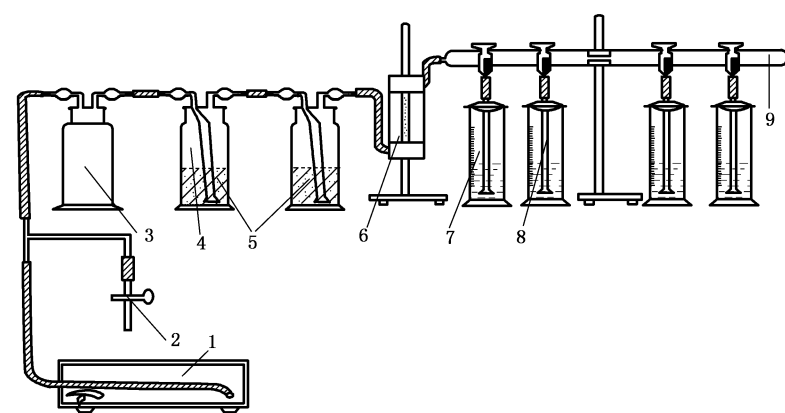
$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \times 10^{-3}}{V_2 \times 192.20} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c——硫酸亚铁标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- c<sub>0</sub>——铈标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V<sub>1</sub>——移取铈标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V<sub>2</sub>——标定时,滴定铈标准溶液所消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 192.20——铈的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

5 仪器、设备

- 5.1 天平:感量 0.000 01 g。
- 5.2 电流滴定装置
  - 5.2.1 普通极谱仪(检流计灵敏度 1×10<sup>-8</sup> A/mm/M)。
  - 5.2.2 铂丝指示电极,φ×L,mm,1.0×2.0。
  - 5.2.3 磁力搅拌器。
  - 5.2.4 铁芯搅拌棒。
  - 5.2.5 饱和氯化钾琼脂盐桥。
  - 5.2.6 饱和氯化钾甘汞电极。
- 5.3 吹气装置:如图 1 所示。



- 1——无油气体压缩机;
- 2——三通玻璃活塞;
- 3——安全瓶;
- 4——洗气瓶(500 mL);
- 5——重铬酸钾-硫酸洗涤液;
- 6——空气流量计(10 L/min~15 L/min);
- 7——量筒(100 mL);
- 8——吹气管,末端有 6 个小孔;
- 9——玻璃管(φ20 mm)。

图 1 吹气装置示意图

前 言

本标准是对 GB/T 15072—1994《贵金属及其合金化学分析方法》(所有部分)的整合修订,分为 19 个部分:

- GB/T 15072.1—2008 贵金属合金化学分析方法 金、铂、钯合金中金量的测定 硫酸亚铁电位滴定法;
- GB/T 15072.2—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中银量的测定 氯化钠电位滴定法;
- GB/T 15072.3—2008 贵金属合金化学分析方法 金、铂、钯合金中铂量的测定 高锰酸钾电流滴定法;
- GB/T 15072.4—2008 贵金属合金化学分析方法 钯、银合金中钯量的测定 二甲基乙二醛肟重量法;
- GB/T 15072.5—2008 贵金属合金化学分析方法 金、钯合金中银量的测定 碘化钾电位滴定法;
- GB/T 15072.6—2008 贵金属合金化学分析方法 铂、钯合金中铱量的测定 硫酸亚铁电流滴定法;
- GB/T 15072.7—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中铬和铁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.8—2008 贵金属合金化学分析方法 金、钯、银合金中铜量的测定 硫脲析出 EDTA 络合返滴定法;
- GB/T 15072.9—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中铟量的测定 EDTA 络合返滴定法;
- GB/T 15072.10—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中镍量的测定 EDTA 络合返滴定法;
- GB/T 15072.11—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中钌和铑量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.12—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中钷量的测定 过氧化氢分光光度法;
- GB/T 15072.13—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中锡、铈和镧量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.14—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中铝和镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.15—2008 贵金属合金化学分析方法 金、银、钯合金中镍、锌和锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.16—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中铜和锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.17—2008 贵金属合金化学分析方法 铂合金中钨量的测定 三氧化钨重量法;
- GB/T 15072.18—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中钴和镓量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;