

附录 A
(资料性附录)

银-碘化银电极的制作方法

取直径 1 mm, 长约 180 mm 的纯银丝一根, 用金相砂纸抛光, 一端绕成直径约 5 mm 的螺旋状 5 圈, 用水冲洗干净, 浸入碘化钾溶液 (0.015 mol/L) 中, 以银丝为阳极, 铂丝为阴极, 用 1 mA 直流电源极化 2 000 s, 制成银-碘化银电极。

GB/T 15072.5—2008



中华人民共和国国家标准

GB/T 15072.5—2008
代替 GB/T 15072.5—1994

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

Test method of precious metal alloys—
Determination of silver content for gold and palladium alloys—
Potentionmeter titration with potassium iodide



GB/T 15072.5—2008

版权专有 侵权必究

*

书号: 155066 · 1-31531

定价: 10.00 元

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

7.4.2 残渣的处理

7.4.2.1 于残渣(7.4.1.2)或(7.4.1.3)中加 40 mL 水,煮沸至清亮,取下,避光冷却至室温。

7.4.2.2 用中速滤纸倾滤上层清液,用水洗烧杯中的沉淀及滤纸各三次。

7.4.2.3 用 4 mL 氨水分次将滤纸上的沉淀溶入原烧杯,用水冲洗滤纸三次。摇动烧杯,待沉淀溶解完后,沿杯壁加 20 mL 水。

7.4.3 滴定

于试液(7.4.1.1)或(7.4.2.3)中插入银-碘化银指示电极,饱和甘汞参比电极,开动电磁搅拌器,用碘化钾标准滴定溶液滴定至电位突跃最大即为终点。

8 分析结果的计算

按式(2)计算银的质量分数, w_{Ag} 数值以%表示:

$$w_{Ag} = \frac{c \cdot V_1 \times 107.87}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——碘化钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试液所消耗碘化钾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);

107.87——银的摩尔质量,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

%

银的质量分数	允许差
15.00~25.00	0.12
>25.00~35.00	0.15
>35.00~80.00	0.20
>80.00~90.00	0.25

中 华 人 民 共 和 国
 国 家 标 准
 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 15072.5—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 10 千字

2008 年 6 月第一版 2008 年 6 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-31531 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

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \times 10^{-3}}{107.87 \times V_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c——碘化钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- c₀——银标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V₁——移取银标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V₂——标定时,滴定银标准溶液所消耗的碘化钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 107.87——银的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

5 仪器、设备

- 5.1 电位计:精确度 1 mV。
- 5.2 指示电极:银-碘化银电极(制作方法见附录 A)。
- 5.3 参比电极:饱和甘汞电极。
- 5.4 天平,感量 0.01 mg。

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。

表 1

银的质量分数/%	试料/g
15.00~25.00	0.16
>25.00~30.00	0.14
>30.00~70.00	0.12
>70.00~90.00	0.10

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

7.4.1.1 将钯银合金试料置于 150 mL 烧杯中,加 5 mL 硝酸,盖上表面皿,于电炉上低温加热至试料完全溶解,蒸发至潮湿状,冷却。用水冲洗表面皿及烧杯壁,加 4 mL 氨水,30 mL 水。以下按照 7.4.3 条进行。

7.4.1.2 将钯银铜合金试料置于 150 mL 烧杯中,加 5 mL 硝酸,盖上表面皿,于电炉上低温加热至试料完全溶解,蒸发至潮湿状,冷却。用水冲洗表面皿及烧杯壁,加 5 mL 盐酸,盖上表面皿,于电炉上低温蒸发至约 0.5 mL,冷却,用水冲洗表面皿及烧杯壁。

7.4.1.3 将金合金或钯银铜金铂合金试料置于 150 mL 烧杯中,加 40 mL 盐酸,7 mL 硝酸,盖上表面皿,于电炉上低温加热至试料完全溶解,蒸发至约 0.5 mL,冷却。用水冲洗表面皿及烧杯壁。

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、钯合金中钨量的测定 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 金合金中钨量的测定 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 银合金中钨量的测定 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;