



中华人民共和国国家标准

GB/T 15072.3—2008
代替 GB/T 15072.3—1994

GB/T 15072.3—2008

GB/T 15072.3—2008

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。

7.3.4.2 于7.3.2的铂铱合金试液中加50.00 mL高锰酸钾标准滴定溶液(4.12.1),搅拌均匀,加热至70℃,以下按(7.3.4.1)进行。

8 分析结果的计算

按式(2)计算铂的质量分数 w_{Pt} ,数值以%表示:

$$w_{Pt} = \frac{c \cdot V_3 \cdot V_5 \cdot 195.08}{m_0 \cdot V_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- c ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);
- V_3 ——试液的总体积,单位为毫升(mL);
- V_4 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);
- V_5 ——滴定试液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

195.08——铂的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果应表示至二位小数。

9 允许差

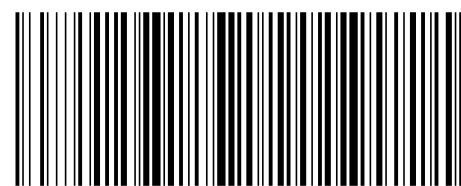
实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2 %

铂含量	允许差
>5.00~15.00	0.10
>15.00~70.00	0.20
>70.00~90.00	0.30
>90.00~95.00	0.35

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

Test method of precious metal alloys—Determination of platinum content for gold, platinum and palladium alloys—Electricity titration using potassium permanganate



GB/T 15072.3—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-31607

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

中华人民共和国
国家标准
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 15072.3—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: 155066·1-31607 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

6 试样

合金样品轧成厚度不大于0.3 mm的薄片,用丙酮除去油污,剪成碎屑,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 1 g。

表 1

铂的质量分数/%	试料/g
>5.00~12.00	0.240 0
>12.00~74.00	0.230 0
>74.00~76.00	0.310 0
>76.00~81.00	0.300 0
>81.00~83.00	0.280 0
>83.00~89.00	0.260 0
>89.00~95.00	0.250 0

7.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

7.3 测定

7.3.1 试料的分解

7.3.1.1 将铂钨合金试料分别置于100 mL烧杯中,加40 mL盐酸与硝酸混合酸(4.6),盖上表面皿,低温加热溶解,取下,冷却。用水冲洗表面皿及烧杯壁。加0.5 mL氯化钠溶液(4.9),蒸至湿盐状。加3 mL盐酸(4.3),蒸至湿盐状。如此反复3次,取下。加10 mL盐酸(4.3),转入100 mL容量瓶中,并用水稀释至刻度。混匀。

7.3.1.2 铂铱合金试料按YS/T 371附录A的规定溶解。将试液转入100 mL容量瓶中,加10 mL盐酸(4.3),并用水稀释至刻度。混匀。

7.3.1.3 将金、钯合金试料分别置于100 mL烧杯中,加40 mL盐酸与硝酸混合酸(4.7),盖上表面皿,低温加热溶解,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。加0.5 mL氯化钠溶液(4.9),蒸至湿盐状。加3 mL盐酸(4.3),蒸至湿盐状。反复3次,取下。

7.3.2 试液的处理

移取10.00 mL试液(7.3.1.1、7.3.1.2)于100 mL烧杯中,加0.5 mL氯化钠溶液(4.9),蒸至湿盐状。加2 mL盐酸(4.3),8 mL氯化亚铜溶液(4.10)。于残渣(7.3.1.3)中加2 mL盐酸(4.3),8 mL氯化亚铜溶液(4.10)。煮沸2 min,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁,控制总体积约40 mL,再煮沸2 min,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。加1 mL硫酸溶液(4.8),将吹气管插入有孔表面皿的烧杯中吹气15 min,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。再重复吹气1次,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。

7.3.3 分离

用三号玻璃砂漏斗过滤含金的试液(7.3.2)于150 mL烧杯中,用水洗涤烧杯壁及漏斗各5次,洗涤液合并于烧杯中。

7.3.4 滴定

7.3.4.1 于7.3.2中的铂钨合金试液、7.3.3中的试液插入铂指示电极,饱和氯化钾甘汞电极,选定电位为+0.65 V,开动电磁搅拌器,用高锰酸钾标准滴定溶液(4.12.1)进行滴定。以高锰酸钾标准

漏斗过滤,以水稀释至 5 000 mL,混匀。贮于棕色瓶中,暗处保存。

4.12.2 标定:标定与试料的滴定平行进行。

移取 10.00 mL 铂标准溶液(4.11),分别置于 100 mL 烧杯中,加 0.5 mL 氯化钠溶液(4.9),低温蒸至湿盐状。加 2 mL 盐酸(4.3)、8 mL 氯化亚铜溶液(4.10),加水至总体积为 40 mL,加热煮沸 2 min,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。加 1 mL 硫酸溶液(4.8),将吹气管插入盖有孔表面皿的烧杯中吹气 20 min,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。再重复吹气 1 次。

于上述溶液中插入铂指示电极,饱和氯化钾甘汞电极,选定电位为+0.65 V,开动磁力搅拌器,用高锰酸钾标准滴定溶液(4.12.1)进行滴定。以高锰酸钾标准滴定溶液的体积对相应的电流作图,将两直线外推,交点所对应的体积为滴定的终点。

平行标定三份,所消耗高锰酸钾标准滴定溶液体积的极差值不应超过 0.05 mL,取其平均值。

按式(1)计算高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \cdot 10^{-3}}{195.08 \cdot V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

c_0 ——移取铂标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——移取铂标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时滴定铂标准溶液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

195.08——铂的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

5 仪器、设备

5.1 普通极谱仪:检流计灵敏度 1×10^{-8} A/mm/M。

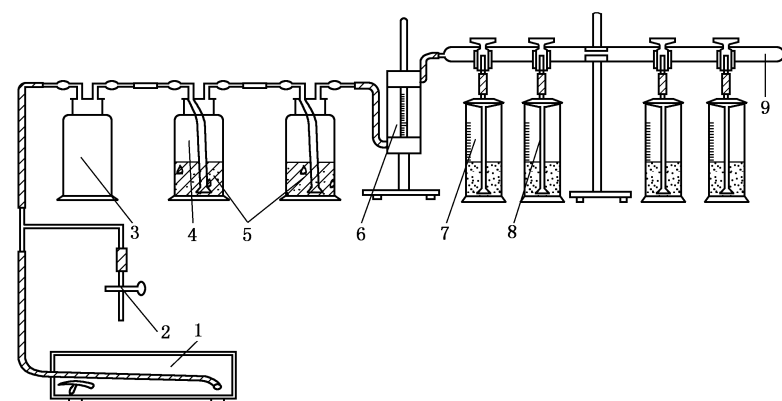
5.2 磁力搅拌器。

5.3 铂丝指示电极: $\phi \times L, \text{mm}, 1 \times 2$ 。

5.4 饱和氯化钾甘汞电极。

5.5 饱和氯化钾琼脂盐桥。

5.6 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($\phi 20$ 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;