



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15072.8—2008  
代替 GB/T 15072.8—1994

GB/T 15072.8—2008

GB/T 15072.8—2008

### 6.4.3 滴定

于试液(6.4.1.4、6.4.2.1、6.4.2.2)中加入 25 mL EDTA(浓度见表 1),加水至总体积为 100 mL,加 4 g 六次甲基四胺,5 滴二甲酚橙溶液,滴加氨水溶液(4.12)至溶液变为紫红色,再滴加盐酸溶液(4.9)[银合金试液用硝酸溶液(4.11)]至溶液由紫红色刚转变成黄绿色为止,再过量 2~3 滴(溶液 pH5.8),用铅标准滴定溶液滴定至终点(铜量≤10 mg 时,第一终点由黄绿色变为紫红色,铜量>10 mg 时,第一终点由绿色变成紫色)。不记数。

于溶液中加入 20 mL 硫脲溶液,5 mL 抗坏血酸溶液及 5 滴 1.10-二氮杂菲溶液,搅匀,静置 10 min,以氨水溶液(4.12)调节溶液 pH5.8,用铅标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变红色为终。

### 7 分析结果的计算

按式(2)计算铜的质量分数  $w_{Cu}$ ,数值以%表示:

$$w_{Cu} = \frac{c \cdot (V_3 - V_0) \times 63.546 \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$c$ ——铅标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/L);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);

$V_0$ ——空白实验所消耗的铅标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_3$ ——滴定试液时所消耗的铅标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

63.546——铜的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果应表示至二位小数。

### 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3 %

铜质量分数	允许差
4.00~10.00	0.01
>10.00~20.00	0.15
>20.00~35.00	0.25

## 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

Test method of precious metal alloys—  
Determination of copper content for gold, palladium and silver alloys—  
Complexometric return titration using thiourea releasing EDTA



GB/T 15072.8—2008

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-31533

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

63.546——铜的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4.22 二甲酚橙溶液(2 g/L)。

## 5 试样

样品用丙酮去除油污,洗净,烘干,加工成碎屑,混匀。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 0.1 g 试样,精确至 0.000 1 g。

### 6.2 测定次数

做两份试料的平行测定,取其平均值。

### 6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.4 测定

#### 6.4.1 溶解

6.4.1.1 将金银铜和钯银铜金铂锌合金试料分别置于 250 mL 和 400 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸与硝酸的混合酸(4.8),盖上表面皿,低温加热至试料完全溶解。取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁,加入 0.1 g 氯化钠,低温蒸发至近干。加 5 mL 盐酸溶液(4.9)蒸发至湿盐状,重复三次。于金银铜试料的残渣中加入 4 mL 盐酸溶液(4.9)、100 mL 水;于钯银铜金铂锌试料的残渣中加入 4 mL 盐酸(4.4)、200 mL 水。

6.4.1.2 将金铜镍锌和金铜镍锌锰合金试料置于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸与硝酸的混合酸(4.7),盖上表面皿,低温加热至试料完全溶解。取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁,加 0.1 g 氯化钠,低温蒸发至近干。加入 5 mL 盐酸溶液(4.9)蒸发至湿盐状,重复三次。残渣中加入 4 mL 盐酸溶液(4.9)、100 mL 水。

6.4.1.3 将钯银铜合金试料置于 400 mL 烧杯中,加 10 mL 硝酸(4.5),盖上表面皿,低温加热至试料完全溶解。加 0.1 g 氯化钠,低温蒸发至近干。加入 5 mL 盐酸溶液(4.9)蒸发至湿盐状,重复三次。残渣中加入 4 mL 盐酸(4.4)、200 mL 水,将试液煮沸 15 min,取下,冷却至室温,用水冲洗表面皿及烧杯壁。

6.4.1.4 将银合金试料置于 250 mL 烧杯中,加入 4 mL 硝酸溶液(4.11)。盖上表面皿,低温加热至试料完全溶解,取下,冷却至室温,用水冲洗表面皿及烧杯壁。

#### 6.4.2 试液处理

6.4.2.1 将试液(6.4.1.1、6.4.1.2)煮沸,取下,加入亚硫酸(见表 2)微沸 30 min,取下,冷却至室温,用水冲洗表面皿及烧杯壁。

6.4.2.2 于含钯的合金试液(6.4.1.3、6.4.1.1)中滴加 10 mL 二甲基乙二肟溶液,搅匀,静置 30 min。用致密滤纸过滤,以盐酸溶液(4.10)洗涤烧杯及沉淀各五次,再用热水(80℃以下)洗涤沉淀五次,将滤液蒸发至 50 mL,取下,冷却至室温。用滤纸过滤沉淀,以水洗涤烧杯及沉淀各五次。

表 2

金质量分数/mg	亚硫酸体积/mL
≤30	7
>30~40	10
>40~50	13
>50~60	16
>60~70	20

中华人民共和国  
国家标准  
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 15072.8—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:155066·1-31533 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

- 4.15 1,10-二氮杂菲乙醇溶液(2 g/L)。
- 4.16 二甲基乙二肼乙醇溶液(10 g/L)。
- 4.17 乙二胺四乙酸二钠[Na<sub>2</sub>EDTA·2H<sub>2</sub>O(简写作:EDTA)]溶液约(0.01 mol/L)。
- 4.18 乙二胺四乙酸二钠溶液约(0.02 mol/L)。
- 4.19 乙二胺四乙酸二钠溶液约(0.03 mol/L)。
- 4.20 铜标准溶液:称取 2.00 g 金属铜(铜的质量分数不小于 99.99%),精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸溶液(4.11),盖上表面皿,低温加热至完全溶解。取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁,用水转入 2 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。
- 4.21 铅标准滴定溶液
  - 4.21.1 配制
  - 4.21.2 铅标准滴定溶液(0.01 mol/L):称取 4.144 g 金属铅(铅的质量分数不小于 99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(4.5),盖上表面皿,低温加热至完全溶解。取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁,蒸发至 2 mL~3 mL,用水转入 2 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度。混匀。
  - 4.21.3 铅标准滴定溶液(0.02 mol/L):称取 8.288 g 金属铅(铅的质量分数不小于 99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(4.5),盖上表面皿,低温加热至完全溶解。取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁,蒸发至 2 mL~3 mL,用水转入 2 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度。混匀。
  - 4.21.4 铅标准滴定溶液(0.03 mol/L):称取 12.432 g 金属铅(铅的质量分数不小于 99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(4.5),盖上表面皿,低温加热至完全溶解。取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁,蒸发至 2 mL~3 mL。用水转入 2 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度。混匀。
  - 4.21.5 标定:标定与试料的测定平行进行。

移取铜标准溶液(见表 1),置于 250 mL 烧杯中,加入 25 mL EDTA(浓度见表 1),加入水至总体积 100 mL,再加入 4 g 六次甲基四胺,5 滴二甲酚橙溶液,滴加氨水溶液(4.12)至溶液变为紫红色,再滴加盐酸溶液(4.9)至溶液由紫红色刚转变成黄绿色为止。再过量 2~3 滴(pH5.8),用铅标准滴定溶液滴定至终点(铜量小于等于 10 mg 时,第一终点由黄绿色变为紫红色,铜量大于 10 mg 时,第一终点由绿色变成紫色),不记数。

于溶液中加入 20 mL 硫脲溶液,5 mL 抗坏血酸溶液及 5 滴 1,10-二氮杂菲溶液,搅匀,静置 10 min,以氨水溶液(4.12)调节溶液为 pH5.8,用铅标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变红色为终点。

平行标定三份,所消耗的铅标准滴定溶液体积的极差值不应超过 0.05 mL,取其平均值。

随同标定做空白试验。

表 1

移取铜标准溶液体积/mL	EDTA 浓度/(mol/L)	铅标准滴定溶液浓度/(mol/L)
10.00	0.01	0.01
20.00	0.02	0.02
30.00	0.03	0.03

按式(1)计算铅标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1}{(V_2 - V_0) \times 63.546} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c——铅标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/L);
- c<sub>0</sub>——铜标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V<sub>0</sub>——空白实验所消耗铅标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V<sub>1</sub>——移取铜标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V<sub>2</sub>——标定时,所消耗的铅标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

## 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 二甲基乙二肼重量法;
- 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;