

7.3.4 滴定

按 GB/T 9725 的操作,于待滴定液(7.3.2.1、7.3.3)中插入铂指示电极和饱和氯化钾甘汞参比电极,于电磁搅拌下,用硫酸亚铁标准滴定溶液(4.15)滴定至近终点时,再用微量滴定管滴定至电位值突跃最大为终点。

8 分析结果的表述

按式(2)计算金的质量分数 w_{Au} ,数值以%表示:

$$w_{Au} = \frac{c \cdot V_3 \cdot V_5 \times 196.966 \times 10^3}{m_0 \cdot V_4} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——硫酸亚铁标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

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),不分取时, $V_3 = V_4$;

V_5 ——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);

196.966——金的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

10^3 ——升与毫升的换算系数。

所得结果应表示至小数点后二位。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况应不超过 5%。重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得:

表 2 %

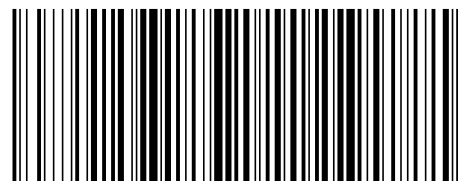
金的质量分数	9.98	60.16	91.85
重复性限(r)	0.060	0.084	0.128

9.2 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 %

金的质量分数	允许差
>3.00~10.00	0.07
>10.00~30.00	0.15
>30.00~60.00	0.20
>60.00~99.50	0.30

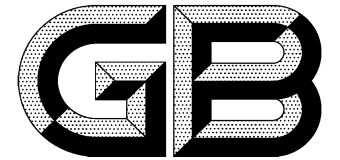


GB/T 15072.1-2008

版权专有 侵权必究

书号:155066·1-31528

定价: 10.00 元



中华人民共和国国家标准

GB/T 15072.1—2008
代替 GB/T 15072.1—1994

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

Test method of precious alloys—Determination of gold content for gold, platinum and palladium alloys—Potentiometric titration using 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

表 1

金的质量分数/%	试料质量/g
>3.00~5.00	0.20
>5.00~10.00	0.15
>10.00~20.00	0.10
>20.00~50.00	0.25
>50.00~99.50	0.20

独立地进行两次测定,取其平均值。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试料的分解

7.3.1.1 将金银、金银铂、金银铜、金银铜锰钎、金铜铂银锌合金试料置于 400 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸与硝酸混合酸(4.9),盖上表面皿,低温加热至溶解完全。取下,冷却。用水冲洗表面皿及烧杯壁。

7.3.1.2 将钯金、钯银铜金铂锌、锡铅金铋合金试料置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL~30 mL 盐酸与硝酸混合酸(4.9),盖上表面皿,低温加热至溶解完全。取下,冷却。用水冲洗表面皿及烧杯壁。

7.3.1.3 将金铜、金镍、金镍钢、金镍铜、金镍铬、金镍钎、金镍铁钴、金锆镍、金铁铬、金铍、金锡合金试料置于 400 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸与硝酸混合酸(4.8),盖上表面皿,低温加热至溶解完全。取下,冷却。用水冲洗表面皿及烧杯壁。将金锡试液转入一定体积的容量瓶中(使金的质量浓度为 1 mg/mL~2 mg/mL),用水稀释至刻度,混匀。

7.3.1.4 将金铌、铂金、铂铑金合金试料置于聚四氟乙烯溶样罐中,加入 15 mL 盐酸(4.1)、5 mL 过氧化氢(4.5),于烘箱中 150℃±5℃溶解 6 h~8 h,冷至室温,取出。将金铌试液转入一定体积的容量瓶中(使金的质量浓度为 1 mg/mL~2 mg/mL),用水稀释至刻度,混匀。将铂金、铂铑金试液转入 100 mL 烧杯中。

7.3.2 试液的处理

7.3.2.1 于试液(7.3.1.1、7.3.1.3)中加入 4.0 mL 氯化钠溶液(4.12),水浴蒸至湿盐状,取下。加入 5 mL 盐酸(4.1),用少量水冲洗烧杯壁,水浴蒸至湿盐状。反复 4~5 次,取下。用水将残渣转入 100 mL 容量瓶中,定容,分取含金 10 mg~20 mg 的试液于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硫酸与磷酸混合酸(4.10),加水至约 40 mL 得到待滴定液。

7.3.2.2 于(7.3.1.2)所得试液、(7.3.1.4)所得铂金和铂铑金试液中加入 0.5 mL 氯化钠溶液(4.12),蒸至湿盐状。取下。加入 2 mL 盐酸(4.1),用少量水冲洗烧杯壁,蒸至湿盐状。反复 4~5 次(铂金、铂铑金试液反复 1 次),取下。

7.3.2.3 移取含金约 10 mg~20 mg 的金锡试液(7.3.1.3)、金铌试液(7.3.1.4)于 100 mL 烧杯中,加入 0.5 mL 氯化钠溶液(4.12),蒸至湿盐状,取下。加入 2 mL 盐酸(4.1),用少量水冲洗烧杯壁,蒸至湿盐状。反复 4~5 次(金铌试液反复 1 次),取下。

7.3.3 分离

于残渣(7.3.2.2、7.3.2.3)中加入 2 mL 盐酸(4.1)、8 mL 氯化亚铜溶液(4.13),盖上表面皿,低温煮沸 2 min,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。用 3 号玻璃砂漏斗过滤,用盐酸溶液(4.11)洗涤沉淀及烧杯各 4~5 次,弃去洗涤液。用 20 mL 热盐酸(4.1)、4 mL 过氧化氢(4.5)分 4 次溶解沉淀,并用水洗涤漏斗 4~5 次,溶解液和洗涤液合并于原烧杯中。加入 0.5 mL 氯化钠溶液(4.12),水浴蒸至湿盐状,取下。于残渣中加入 5 mL 硫酸与磷酸混合酸(4.10),加水至约 40 mL 得到待滴定液。

中华人民共和国
国家标准
贵金属合金化学分析方法
金、铂、钯合金中金量的测定
硫酸亚铁电位滴定法
GB/T 15072.1—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 12 千字

2008 年 6 月第一版 2008 年 6 月第一次印刷

*

书号:155066·1-31528 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

4.13 氯化亚铜溶液:称取 3.0 g 氯化亚铜,置于 50 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(4.1),转入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度。混匀。用时现配。

4.14 金标准溶液:称取 0.250 0 g 金属金(质量分数不小于 99.99%),置于 400 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸与硝酸混合酸(4.8),盖上表面皿,水浴加热至完全溶解,取下。用少量水冲洗表面皿及烧杯壁,加入 4.0 mL 氯化钠溶液(4.12),水浴蒸至湿盐状,取下。加入 5 mL 盐酸(4.1),用少量水冲洗烧杯壁,水浴蒸至湿盐状。反复 4~5 次,取下。加 50 mL 盐酸(4.1),转入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 金。

4.15 硫酸亚铁标准滴定溶液

4.15.1 配制:称取 10.5 g 硫酸亚铁(FeSO₄·7H₂O)固体,溶于盛有 5 000 mL 硫酸溶液(4.7)的玻璃瓶中,混匀,放置一周后标定。

4.15.2 标定:标定与试料的测定平行进行。

移取 10.00 mL~20.00 mL 金标准溶液于 100 mL 烧杯中,加 0.5 mL 氯化钠溶液(4.12),水浴蒸至湿盐状,取下。加 5 mL 硫酸与磷酸混合酸(4.10),加水至约 40 mL。按 GB/T 9725 的操作,于溶液中插入铂指示电极和饱和氯化钾甘汞参比电极,于电磁搅拌下,用硫酸亚铁标准滴定溶液(4.15)滴定至近终点时,再用微量滴定管滴定至电位值突跃最大为终点。

平行标定三份,所消耗硫酸亚铁标准滴定溶液体积的极差不应超过 0.02 mL,取其平均值。

按式(1)计算硫酸亚铁标准滴定溶液的浓度:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1}{196.966 \cdot V_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c——硫酸亚铁标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

c₀——移取金标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V₁——移取金标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V₂——标定中所消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

196.966——金的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

5 仪器与设备

5.1 电位计(或具有电位测定功能的酸度计),最小电位检出精确度不大于 1 mV。

5.2 磁力搅拌器。

5.3 指示电极:铂电极。

5.4 参比电极:饱和氯化钾甘汞电极。

5.5 微量滴定管:最小刻度 0.005 0 mL。

5.6 烘箱。

5.7 聚四氟乙烯溶样罐:容积 30 mL。

6 试样

合金样品轧成厚度约 0.3 mm 的薄片,用丙酮除去油污,剪成碎屑,用水洗净,干燥后混匀。

7 分析步骤

7.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

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 金合金中锆和镓量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;