

ICS 77.120.70  
H 15



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 15249.3—2009  
代替 GB/T 15249.3—1994

GB/T 15249.3—2009

## 合质金化学分析方法 第3部分：铜量的测定 碘量法

Methods for chemical analysis of crude gold—  
Part 3: Determination of copper content—Iodometric method

中华人民共和国  
国家标准  
合质金化学分析方法  
第3部分：铜量的测定 碘量法  
GB/T 15249.3—2009

\*  
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 8 千字  
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

\*  
书号：155066·1-37842 定价 14.00 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



GB/T 15249.3—2009

2009-05-06 发布

2009-10-01 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

V——滴定铜标准溶液消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。  
平行标定所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的极差值应不超过 0.10 mL,取其平均值。

#### 4 试样

试样加工成粉末状或屑状。

#### 5 分析步骤

##### 5.1 试料

按表 1 称取试样(4),精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量及分取体积

铜的质量分数/%	试料量/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL
0.500~3.50	1.000	—	全量
>3.50~7.00	0.500	—	全量
>7.00~15.00	0.500	50	20.00
>15.00~30.00	0.500	100	20.00

##### 5.2 测定次数

独立地进行二次测定,取其平均值。

##### 5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 水、5 mL 硝酸(3.5),盖上表面皿,低温加热约微沸 30 min 后,取下稍冷,缓慢加入 20 mL 盐酸(3.4),低温加热使试料完全溶解。

5.3.2 蒸发至近干,取下稍冷,用水吹洗表面皿及杯壁,加水至体积约 100 mL,摇匀,加热煮沸使可溶性盐类溶解,取下。

5.3.3 用少量水吹洗表面皿及杯壁,在不断搅拌下,缓慢加入 15 mL 亚硫酸(3.8),加热至微沸并保持 30 min。

5.3.4 洗净表面皿,用中速定量滤纸以倾析法过滤,用热水洗涤烧杯 4 次,用热水洗涤滤纸及沉淀 6 次,再用滴管以硝酸(3.6)洗涤 3 次[共用硝酸(3.6)的量约为 2 mL],用热水洗涤 3 次。

5.3.5 滤液摇匀,蒸发至溶液体积约为 40 mL 时,加 5 mL 硫酸(3.7),摇匀,蒸发至冒浓三氧化硫烟,取下冷却,用水吹洗杯壁,蒸发至冒尽三氧化硫烟,取下冷却。

5.3.6 滴加 0.7 mL(取全量时,加 0.3 mL)硫酸(3.7),吹洗杯壁至溶液体积约 30 mL,盖上表面皿,加热煮沸至盐类完全溶解,冷却至室温,按表 1 试液总体积数据移入容量瓶中( $V_2$ )(或全量滴定),以水定容。

5.3.7 按表 1 分取一定量( $V_3$ )试液(5.3.6)于 250 mL 缩口烧杯中,加 10 mL 水。

5.3.8 用氨水(3.9)调至蓝色铜氨络离子呈现,加入约 0.5 g 氟化氢铵,摇匀,加入 3 g 碘化钾,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.12)滴定至淡黄色,加入 5 mL 淀粉溶液(3.10),继续滴定至淡蓝色,加入 0.5 g~1 g 硫氰酸钾(铜的质量分数低于 1%则不加),激烈振荡至蓝色加深,再滴定至蓝色恰好消失即为终点(干扰元素多时滴定溶液终点为黄色)。记下消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积( $V_1$ )。

#### 6 分析结果的计算

按式(2)计算铜的质量分数  $w(\text{Cu})$ ,数值以%表示:

$$w(\text{Cu}) = \frac{F \cdot V_1 \cdot V_2 \times 10^{-3}}{m_0 \cdot V_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

## 前 言

GB/T 15249《合质金化学分析方法》分为如下 5 个部分:

- 第 1 部分:金量的测定 火试金重量法;
- 第 2 部分:银量的测定 火试金重量法和 EDTA 滴定法;
- 第 3 部分:铜量的测定 碘量法;
- 第 4 部分:铅量的测定 EDTA 滴定法;
- 第 5 部分:汞量的测定 冷原子吸收光谱法。

本部分为 GB/T 15249 的第 3 部分。

本部分代替 GB/T 15249.3—1994《合质金化学分析方法 碘量法测定铜量》。

本部分与 GB/T 15249.3—1994 相比,主要有如下的变动:

- 对文本格式进行了修改;
- 删除了“允许差”条款;
- 增加了“精密度”条款(重复性和再现性);
- 增加了质量保证和控制条款。

本部分由中国人民银行提出。

本部分由全国金融标准化技术委员会(SAC/TC 180)归口。

本部分负责起草单位:北京矿冶研究总院。

本部分参加起草单位:成都印钞公司、长春黄金研究院、沈阳造币厂、上海造币厂和南京造币厂。

本部分主要起草人:汤淑芳、于力、周以华、邓海虹。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 15249.3—1994。