

中华人民共和国国家标准

贵金属及其合金化学分析方法 银合金中银量的测定

GB/T 15072.2—94

Silver alloys—Determination of silver content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了银合金中银含量的测定方法。

本标准适用于 AgCu10、AgCu12.5、AgCuNiAl20 2.0-1.0、AgCuV10-0.2、AgCe0.5 合金中银含量的测定。测定范围：50%~90%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法提要

试料用硝酸溶解。在硝酸介质中，用银电极为指示电极，银-碘化银电极为参比电极，用氯化钠标准滴定溶液滴定银(I)，电位法指示终点。

4 试剂

本标准所用水均为无氯离子水。

4.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。

4.2 硝酸(2+98)，优级纯。

4.3 银标准溶液：称取 3.000 0 g 金属银(99.99%)，精确至 0.000 05 g，于 250 mL 烧杯中，加 40 mL 硝酸(1+1，优级纯)，加热至完全溶解，赶尽氮氧化物，取下，冷却至室温，转入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 3 mg 银。避光保存。

4.4 氯化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaCl}) = 0.020 \text{ mol/L}$

4.4.1 配制：称取 1.169 g 氯化钠(优级纯)，用水溶解，稀释至 1 000 mL，混匀。

4.4.2 标定：标定与试料的测定平行进行。

移取 25.00 mL 银标准溶液于 100 mL 烧杯中，加 5 mL 硝酸(4.2)，插入银指示电极，银-碘化银参比电极，开动电磁搅拌器，用氯化钠标准滴定溶液滴定至所确定的终点电位。终点电位的确定方法见附录 A(参考件)。平行标定所消耗的氯化钠标准滴定溶液体积的极差不应超过 0.10 mL，取其平均值。

按式(1)计算氯化钠标准滴定溶液的实际浓度：

$$c = \frac{m_1}{V_0 \times 0.10787} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中： c ——氯化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m_1 ——移取银标准溶液中银的质量，g；

国家技术监督局 1994-05-11 批准

1994-12-01 实施

V_0 ——标定中所消耗的氯化钠标准滴定溶液的体积, mL;

0.107 87——与1.00 mL 氯化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaCl})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的银的质量。

5 装置

5.1 电位滴定装置

5.1.1 电位计: 精度 1 mV;

5.1.2 指示电极: 银电极;

5.1.3 参比电极: 银-碘化银电极(制作方法见附录 B, 参考件)。

6 试样

样品加工成碎屑, 最后用丙酮去除油污, 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 05 g。

表 1

银含量, %	试料量, g
50.00~70.00	0.140 0
>70.00~80.00	0.120 0
>80.00~90.00	0.110 0
>90.00~99.80	0.100 0

独立地进行两次测定, 取其平均值。

7.2 测定

7.2.1 将试料置于 100 mL 烧杯中, 加 3 mL 硝酸(4.1), 盖上表面皿, 低温加热至完全溶解。蒸发至潮湿状, 冷却。吹洗表面皿及杯壁, 加 20 mL 硝酸(4.2)。

7.2.2 于试液中插入银指示电极, 银-碘化银参比电极, 开动电磁搅拌器, 用氯化钠标准滴定溶液滴定至所确定的终点电位。

8 分析结果的表述

按式(2)计算银的百分含量:

$$\text{Ag}(\%) = \frac{c \times V_1 \times 0.107 87}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——氯化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定试液所消耗氯化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g;

0.107 87——与1.00 mL 氯化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaCl})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的银的质量。

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。