

中华人民共和国国家标准

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

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

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

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、铈和镉量的测定 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;

——GB/T 15072.19—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中钒和镁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 15072—2008 的第 1 部分。

本部分代替 GB/T 15072.1—1994《贵金属及其合金化学分析方法 金、钯合金中金量的测定》。

本部分与 GB/T 15072.1—1994 相比,主要有如下变动:

——标准名称由 GB/T 15072.1—1994《贵金属及其合金化学分析方法 金、钯合金中金量的测定》变更为《贵金属合金化学分析方法 金、钯、钌合金中金量的测定 硫酸亚铁电位滴定法》。

——将金、钯合金中金量的测定方法由库仑法改为电位滴定法。

——将方法的适用范围由原 15 个合金牌号扩展到含有同类组成元素的 22 个合金系列,具体为:原牌号 AuNi9.0、AuNiCu7.5-1.5、AuNiCr5.0-1.0、AuNiCr5.0-2.0、AuNiIn9.0-8.0、AuCuNiZn22.0-2.5-1.0、AuCuNiZnMn18.0-1.8-0.7-0.2、AuNiFeZr5.0-1.5-0.3、AuNiFeZr9.0-2.0-0.3、AuAgCu20.0-3.0、AuAgCu35.0-5.0、AuAgCuGd35.0-5.0-0.5、AuAgCuMnGd35.5-3.0-2.5-0.5、AuAgPt3.0-6.0、PdAgCuAuPtZn30.0-14.0-10.0-10.0-1.0 修订为合金系列 AuAg、AuAgPt、AuAgCu、AuAgCuMnGd、AuCu、AuCuPtAgZn、AuNi、AuNiIn、AuNiCu、AuNiCr、AuNiGd、AuNiFeZr、AuFeCr、AuBe、AuGeNi、AuIr、AuSn、PtAu、PtRhAu、PdAu、PdAgCuAuPtZn、SnPbAuSb 等其他含有上述元素的合金。

——将金量的测定范围(质量分数)由 5%~95% 扩展到 3%~99.5%。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由贵研铂业股份有限公司负责起草。

本部分主要起草人:朱利亚、金延秋、安中庆、管有祥、甘建壮。

本部分主要验证人:杨毅、杨谦孚、张淑宇。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 15072.1—1994。

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

1 范围

本部分规定了金、铂、钯合金中金量的测定方法。

本部分适用于 AuAg, AuAgPt, AuAgCu, AuAgCuMnCd, AuCu, AuCuPtAgZn, AuNi, AuNiIn, AuNiCu, AuNiCr, AuNiGd, AuNiFeZr, AuFeCr, AuBe, AuGeNi, AuIr, AuSn, PtAu, PtRhAu, PdAu, PdAgCuAuPtZn, SnPbAuSb 等其他含有上述元素的合金中金量的测定。测定范围(质量分数): 3%~99.5%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 9723.1 化学试剂 电位滴定法通则

YS/T 371 贵金属合金化学分析方法总则及一般规定

3 方法提要

金合金、钯合金试料用盐酸与硝酸的混合酸分解,铂合金、含铑、铱的金合金试料用盐酸、过氧化氢密闭分解。铑、铱、钨及高量的铂、钯用氯化亚铜还原金与之分离。在硫酸与磷酸介质中,用硫酸亚铁标准滴定溶液滴定 $\text{Au}(\text{III})$ 至 $\text{Au}(\text{I})$, 电位法指示终点以测定金的质量分数。

4 试剂和材料

除非另有说明,本部分所有试剂和材料均应符合 YS/T 371 的规定。

- 4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 4.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 4.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 4.4 磷酸(ρ 1.70 g/mL)。
- 4.5 过氧化氢(质量分数 30%)。
- 4.6 高锰酸钾溶液(20 g/L)。
- 4.7 硫酸溶液(4+96)。
- 4.8 盐酸与硝酸混合酸:3 单位体积的盐酸(4.1)与 1 单位体积的硝酸(4.2)相混合。用时现配。
- 4.9 盐酸与硝酸混合酸:30 单位体积的盐酸(4.1)与 1 单位体积的硝酸(4.2)相混合。用时现配。
- 4.10 硫酸与磷酸混合酸:量取 200 mL 硫酸(4.3)于瓷蒸发皿中,加热至冒白浓烟,搅拌下滴加高锰酸钾溶液(4.6)至红色不褪,取下,冷却。加入等体积磷酸(4.4),混匀。转入 500 mL 玻璃瓶中。
- 4.11 盐酸溶液(1+9)。
- 4.12 氯化钠溶液(250 g/L)。

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($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)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);

c_0 ——移取金标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——移取金标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——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。

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、钯银铜金铂钎、锡铅金铟合金试料置于 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、金镍钨、金镍铜、金镍铬、金镍钎、金镍铁钴、金镍镍、金铁钴、金钨、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 将金铱、铂金、铂铱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。将金铱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、铂铱金试液转入 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)所得铂金和铂铱金试液中加入 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、铂铱金试液反复 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)、金铱试液(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(金铱试液反复 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。

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:

$$w_{Au} = \frac{c \cdot V_3 \cdot V_4 \times 196.966 \times 10^3}{m_s \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

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_1 ——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_s ——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 %

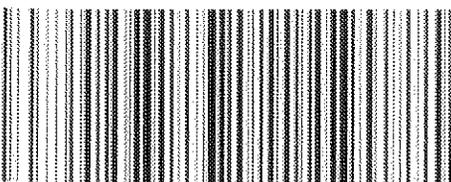
金的质量分数	9.98	50.16	91.85
重复性限(r)	0.060	0.084	0.128

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
>30.00~50.00	0.20
>50.00~99.50	0.30



GB/T 15072.1-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-31628

定价: 10.00 元