

中华人民共和国国家标准

GB/T 15072.5—2008
代替 GB/T 15072.5—1994

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

Test method of precious metal alloys—
Determination of silver content for gold and palladium alloys—
Potentionmeter titration with potassium iodide

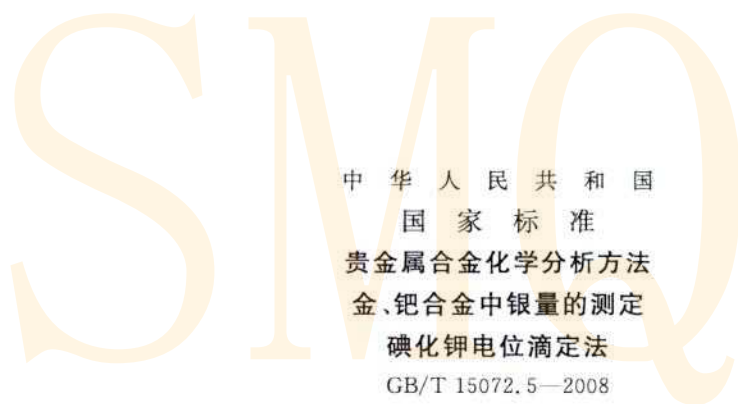
2008-03-31 发布



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、钯合金中银量的测定
碘化钾电位滴定法

GB/T 15072.5—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 10 千字

2008年6月第一版 2008年6月第一次印刷

*

书号: 155066·1-31531 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 二甲基乙二醇肟重量法;
- 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 金合金中铜量的测定 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 银合金中钌量的测定 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;

——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 5 部分。

本部分代替 GB/T 15072.5—1994《贵金属及其合金化学分析方法 金、钯合金中银量的测定》。

本部分与 GB/T 15072.5—1994 相比,主要有如下变动:

——标准名称由 GB/T 15072.5—1994《贵金属及其合金化学分析方法 金、钯合金中银量的测定》改为《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》;

——将原标准范围 AuAgPt25-6.0、AuAgCu35-5.0、AuAgCu20-30、AuAgCuGd35-5.0、AuAgCuMnGd33.5-3.0-2.6-0.4、PdAgCuAuPtZn30-14-10-10-1.0、PdAgCu52-28、PdAgCu54-21、PdAgCu58-32、PdAgCu65-20、PdAgCu68-27、PdAg40、PdAg80 修改为本标准适用于 AuAg-Pt、AuAgCu、AuAgCuGd、AuAgCuMnGd、AuCuPtAgZn、PdAgCuAuPtZn、PdAgCu、PdAg 合金中银含量的测定,测定范围(质量分数):15%~90%;

——按照 GB/T 20001.4—2001 格式要求重新编写。

本部分的附录 A 为资料性附录。

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:罗一江、杨媛媛、陶赛祥。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 15072.5—1994。

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

1 范围

本部分规定了金、钯合金中银含量的测定方法。

本部分适用于 AuAgPt、AuAgCu、AuAgCuGd、AuAgCuMnGd、AuCuPtAgZn、PdAgCuAuPtZn、PdAgCu、PdAg 合金中银含量的测定。测定范围(质量分数):15%~90%。

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。

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、钯银铜金铂锌合金试料用混合酸溶解。钯银铜合金、钯银合金试料用硝酸溶解。

在氨性介质中,用银-碘化银电极作指示电极,饱和甘汞电极作参比电极,用碘化钾标准滴定溶液滴定,电位法指示终点。

4 试剂和材料

除非另有说明,所有试剂和器皿等均应符合 YS/T 371 标准的规定。

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

4.3 氨水(ρ 0.91 g/mL)。

4.4 银标准溶液:

称取 2.000 0 g 金属银(银的质量分数不小于 99.99%),精确至 0.000 01 g,置于 250 mL 烧杯中,加 40 mL 硝酸(1+1,优级纯),盖上表面皿,加热至完全溶解,赶尽氮氧化物,取下,冷却至室温。用水冲洗表面皿及烧杯壁,将溶液转入 1 000 mL 棕色容量瓶中,以水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 2.000 mg 银,避光保存。

4.5 碘化钾标准滴定溶液:[c (KI)约 0.020 mol/L]

4.5.1 配制:

称取 3.32 g 碘化钾,用水溶解,稀释至 1 000 mL,混匀。

4.5.2 标定:标定与试料的测定平行进行。

移取 20.00 mL 银标准溶液三份,分别置于 150 mL 烧杯中,于电炉上低温蒸至近干。用水冲洗烧杯壁,加 4 mL 氨水,20 mL 水。用银-碘化银电极为指示电极,饱和甘汞电极为参比电极,用碘化钾标准滴定溶液滴定至电位突跃最大即为终点。平行标定所消耗的碘化钾标准滴定溶液体积的极差不应超过 0.05 mL,取其平均值。

按式(1)计算碘化钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \times 10^{-3}}{107.87 \times V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：
c——碘化钾标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
c₀——银标准溶液的质量浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；
V₁——移取银标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；
V₂——标定时，滴定银标准溶液所消耗的碘化钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
107.87——银的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

5 仪器、设备

- 5.1 电位计：精确度 1 mV。
- 5.2 指示电极：银-碘化银电极(制作方法见附录 A)。
- 5.3 参比电极：饱和甘汞电极。
- 5.4 天平，感量 0.01 mg。

6 试样

样品加工成碎屑，用丙酮去除油污，用水洗净、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 01 g。

表 1

银的质量分数/%	试料/g
15.00~25.00	0.16
>25.00~30.00	0.14
>30.00~70.00	0.12
>70.00~90.00	0.10

7.2 测定次数

独立进行两次测定，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 溶解

- 7.4.1.1 将钯银合金试料置于 150 mL 烧杯中，加 5 mL 硝酸，盖上表面皿，于电炉上低温加热至试料完全溶解，蒸发至潮湿状，冷却。用水冲洗表面皿及烧杯壁，加 4 mL 氨水，30 mL 水。以下按照 7.4.3 条进行。
- 7.4.1.2 将钯银铜合金试料置于 150 mL 烧杯中，加 5 mL 硝酸，盖上表面皿，于电炉上低温加热至试料完全溶解，蒸发至潮湿状，冷却。用水冲洗表面皿及烧杯壁，加 5 mL 盐酸，盖上表面皿，于电炉上低温蒸发至约 0.5 mL，冷却，用水冲洗表面皿及烧杯壁。
- 7.4.1.3 将金合金或钯银铜金铂锌合金试料置于 150 mL 烧杯中，加 40 mL 盐酸，7 mL 硝酸，盖上表面皿，于电炉上低温加热至试料完全溶解，蒸发至约 0.5 mL，冷却。用水冲洗表面皿及烧杯壁。

7.4.2 残渣的处理

7.4.2.1 于残渣(7.4.1.2)或(7.4.1.3)中加 40 mL 水,煮沸至清亮,取下,避光冷却至室温。

7.4.2.2 用中速滤纸倾滤上层清液,用水洗烧杯中的沉淀及滤纸各三次。

7.4.2.3 用 4 mL 氨水分次将滤纸上的沉淀溶入原烧杯,用水冲洗滤纸三次。摇动烧杯,待沉淀溶解完后,沿杯壁加 20 mL 水。

7.4.3 滴定

于试液(7.4.1.1)或(7.4.2.3)中插入银-碘化银指示电极,饱和甘汞参比电极,开动电磁搅拌器,用碘化钾标准滴定溶液滴定至电位突跃最大即为终点。

8 分析结果的计算

按式(2)计算银的质量分数, w_{Ag} 数值以 % 表示:

$$w_{Ag} = \frac{c \cdot V_1 \times 107.87}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——碘化钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试液所消耗碘化钾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);

107.87——银的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果应表示至二位小数。

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。

表 2

%

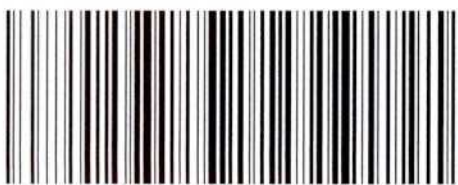
银的质量分数	允许差
15.00~25.00	0.12
>25.00~35.00	0.15
>35.00~80.00	0.20
>80.00~90.00	0.25

附 录 A
(资料性附录)

银-碘化银电极的制作方法

取直径 1 mm, 长约 180 mm 的纯银丝一根, 用金相砂纸抛光, 一端绕成直径约 5 mm 的螺旋状 5 圈, 用水冲洗干净, 浸入碘化钾溶液 (0.015 mol/L) 中, 以银丝为阳极, 铂丝为阴极, 用 1 mA 直流电源极化 2 000 s, 制成银-碘化银电极。

S M Q



GB/T 15072.5-2008

版权专有 侵权必究

*

书号: 155066 · 1-31531

定价: 10.00 元