



中华人民共和国国家标准

GB/T 15072.3—2008
代替 GB/T 15072.3—1994

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

Test method of precious metal alloys—Determination of
platinum content for gold, platinum and palladium alloys—
Electricity titration using potassium permanganate

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

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 金合金中铈量的测定 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 金合金中钯和铑量的测定 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 15072.3—2008

——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 3 部分。

本部分代替 GB/T 15072.3—1994《贵金属及其合金化学分析方法 金、铂、钯合金中铂量的测定》。

本部分与 GB/T 15072.3—1994 相比,主要有如下变动:

——标准名称由《贵金属及其合金化学分析方法 金、铂、钯合金中铂量的测定》修订为《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》。

——将原标准范围 PtIr10、PtIr17.5、PtIr25、PtW8、PtW8.5、PdAgCuAuPtZn30-14-10-10-1、AuAgPt25-6 修改为本标准适用于 PtIr、PtW、PdAgCuAuPtZn、AuAgPt、AuCuPtAgZn、PtIrRu合金中铂量的测定。

——按新标准编写的要求对溶液的配制、浓度的表示等进行了修订。

——按照 GB/T 20001.4—2001 格式要求重新编写。

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、赵多仲、金娅秋、安中庆、杨媛媛。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 15072.3—1994。

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

1 范围

本部分规定了金、铂、钯合金中铂含量的测定方法。

本部分适用于 PtIr、PtW、PdAgCuAuPtZn、AuAgPt、AuCuPtAgZn、PtIrRu 合金中铂量的测定。测定范围(质量分数):5%~95%。

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、钯合金和铂钨合金试料用盐酸与硝酸的混合酸分解;铂铱合金试料用盐酸、过氧化氢分解。在稀盐酸溶液中用氯化亚铜将铂(IV)还原至铂(II),用高锰酸钾标准滴定溶液滴定。电流法指示终点,选定电位+0.65V。

4 试剂和材料

除非另有说明,所有试剂均应符合 YS/T 371 标准的规定。

- 4.1 高锰酸钾。
- 4.2 氯化亚铜。
- 4.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 4.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 4.5 过氧化氢(体积分数 30%)。
- 4.6 盐酸与硝酸混合酸:3 单位体积的盐酸(4.3)与 1 单位体积的硝酸(4.4)相混合。用时现配。
- 4.7 盐酸与硝酸混合酸:30 单位体积的盐酸(4.3)与 1 单位体积的硝酸(4.4)相混合。用时现配。
- 4.8 硫酸溶液(1+3)。
- 4.9 氯化钠溶液(50 g/L)。
- 4.10 氯化亚铜溶液:称取 3.0 g 氯化亚铜(4.2),置于 100 mL 容量瓶中,加 30 mL 盐酸(4.3),以水稀释至刻度。混匀,用时现配。
- 4.11 铂标准溶液:称取 0.23 g 金属铂(质量分数不小于 99.99%),精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 烧杯中,加 40 mL 盐酸与硝酸混合酸(4.6),盖上表面皿,加热至完全溶解,取下。用水冲洗表面皿及烧杯壁,加 5 mL 氯化钠溶液,蒸至湿盐状。加 3 mL(4.3)盐酸,蒸至湿盐状。如此反复 3~4 次,取下。加 10 mL 盐酸(4.3),转入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2.3 mg 铂。
- 4.12 高锰酸钾标准滴定溶液(0.004 4 mol/L)
 - 4.12.1 配制:称取 0.7 g 高锰酸钾(4.1),溶于约 5 000 mL 水中,煮沸 1.5 h,静置过夜。用 3 号玻璃砂

漏斗过滤,以水稀释至 5 000 mL,混匀。贮于棕色瓶中,暗处保存。

4.12.2 标定:标定与试料的滴定平行进行。

移取 10.00 mL 铂标准溶液(4.11),分别置于 100 mL 烧杯中,加 0.5 mL 氯化钠溶液(4.9),低温蒸至湿盐状。加 2 mL 盐酸(4.3)、8 mL 氯化亚铜溶液(4.10),加水至总体积为 40 mL,加热煮沸 2 min,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。加 1 mL 硫酸溶液(4.8),将吹气管插入盖有有孔表面皿的烧杯中吹气 20 min,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。再重复吹气 1 次。

于上述溶液中插入铂指示电极,饱和氯化钾甘汞电极,选定电位为 +0.65 V,开动磁力搅拌器,用高锰酸钾标准滴定溶液(4.12.1)进行滴定。以高锰酸钾标准滴定溶液的体积对相应的电流作图,将两直线外推,交点所对应的体积为滴定的终点。

平行标定三份,所消耗高锰酸钾标准滴定溶液体积的极差值不应超过 0.05 mL,取其平均值。

按式(1)计算高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \cdot 10^{-3}}{195.08 \cdot V_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

c_0 ——移取铂标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——移取铂标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时滴定铂标准溶液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

195.08——铂的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

5 仪器、设备

5.1 普通极谱仪:检流计灵敏度 1×10^{-8} A/mm/M。

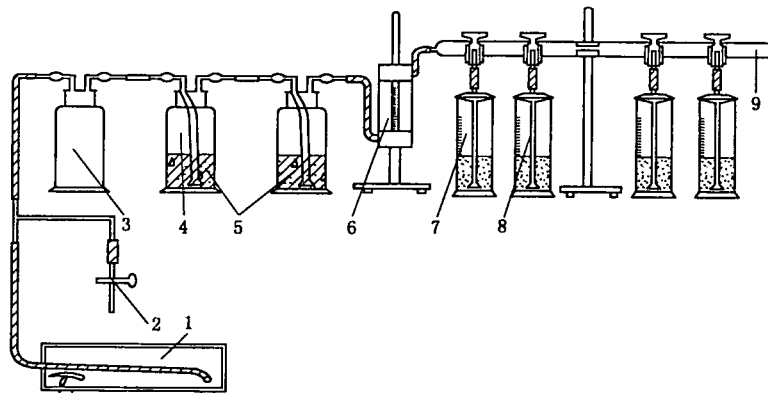
5.2 磁力搅拌器。

5.3 铂丝指示电极: $\phi \times L$, mm, 1×2。

5.4 饱和氯化钾甘汞电极。

5.5 饱和氯化钾琼脂盐桥。

5.6 吹气装置:如图 1 所示。



- | | |
|-----------------|------------------------------|
| 1——无油气体压缩机; | 6——空气流量计(10 L/min~15 L/min); |
| 2——二通玻璃活塞; | 7——量筒(100 mL); |
| 3——安全瓶; | 8——吹气管,末端有 6 个小孔; |
| 4——洗气瓶(500 mL); | 9——玻璃管($\phi 20$ mm)。 |
| 5——重铬酸钾-硫酸洗涤液; | |

图 1 吹气装置示意图

6 试样

合金样品轧成厚度不大于 0.3 mm 的薄片,用丙酮除去油污,剪成碎屑,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 1 g。

表 1

铂的质量分数/%	试料/g
>5.00~12.00	0.240 0
>12.00~74.00	0.230 0
>74.00~76.00	0.310 0
>76.00~81.00	0.300 0
>81.00~83.00	0.280 0
>83.00~89.00	0.260 0
>89.00~95.00	0.250 0

7.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

7.3 测定

7.3.1 试料的分解

7.3.1.1 将铂钨合金试料分别置于 100 mL 烧杯中,加 40 mL 盐酸与硝酸混合酸(4.6),盖上表面皿,低温加热溶解,取下,冷却。用水冲洗表面皿及烧杯壁。加 0.5 mL 氯化钠溶液(4.9),蒸至湿盐状。加 3 mL 盐酸(4.3),蒸至湿盐状。如此反复 3 次,取下。加 10 mL 盐酸(4.3),转入 100 mL 容量瓶中,并用水稀释至刻度。混匀。

7.3.1.2 铂铱合金试料按 YS/T 371 附录 A 的规定溶解。将试液转入 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸(4.3),并用水稀释至刻度。混匀。

7.3.1.3 将金、钯合金试料分别置于 100 mL 烧杯中,加 40 mL 盐酸与硝酸混合酸(4.7),盖上表面皿,低温加热溶解,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。加 0.5 mL 氯化钠溶液(4.9),蒸至湿盐状。加 3 mL 盐酸(4.3),蒸至湿盐状。反复 3 次,取下。

7.3.2 试液的处理

移取 10.00 mL 试液(7.3.1.1、7.3.1.2)于 100 mL 烧杯中,加 0.5 mL 氯化钠溶液(4.9),蒸至湿盐状。加 2 mL 盐酸(4.3),8 mL 氯化亚铜溶液(4.10)。于残渣(7.3.1.3)中加 2 mL 盐酸(4.3),8 mL 氯化亚铜溶液(4.10)。煮沸 2 min,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁,控制总体积约 40 mL,再煮沸 2 min,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。加 1 mL 硫酸溶液(4.8),将吹气管插入有孔表面皿的烧杯中吹气 15 min,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。再重复吹气 1 次,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。

7.3.3 分离

用三号玻璃砂漏斗过滤含金的试液(7.3.2)于 150 mL 烧杯中,用水洗涤烧杯壁及漏斗各 5 次,洗涤液合并于烧杯中。

7.3.4 滴定

7.3.4.1 于 7.3.2 中的铂钨合金试液、7.3.3 中的试液插入铂指示电极,饱和氯化钾甘汞电极,选定电位为 +0.65 V,开动电磁搅拌器,用高锰酸钾标准滴定溶液(4.12.1)进行滴定。以高锰酸钾标准

GB/T 15072.3—2008

滴定溶液的体积对相应的电流值作图,将两直线外推,交点所对应的体积为滴定的终点。

7.3.4.2 于7.3.2的铂铱合金试液中加 50.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液(4.12.1),搅拌均匀,加热至 70℃,以下按(7.3.4.1)进行。

8 分析结果的计算

按式(2)计算铂的质量分数 w_{Pt} ,数值以%表示:

$$w_{Pt} = \frac{c \cdot V_3 \cdot V_5 \cdot 195.08}{m_0 \cdot V_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

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);

V_5 ——滴定试液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

195.08——铂的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

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 %

铂含量	允许差
>5.00~15.00	0.10
>15.00~70.00	0.20
>70.00~90.00	0.30
>90.00~95.00	0.35



GB/T 15072.3-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-31607

定价: 10.00 元

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
贵 金 属 合 金 化 学 分 析 方 法
金、铂、钯合金中铂量的测定
高 锰 酸 钾 电 流 滴 定 法
GB/T 15072.3—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 11 千 字
2008 年 6 月 第 一 版 2008 年 6 月 第 一 次 印 刷

*

书 号：155066·1-31607 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