

ICS 77.120.99
H 68



中华人民共和国国家标准

GB/T 15072.6—2008
代替 GB/T 15072.6—1994

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

Test method of precious metal alloys—Determination of iridium contents for
platinum, palladium alloys—Electricity titration with 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

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 金合金中铟量的测定 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 金合金中钯和铍量的测定 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 银合金中钒量的测定 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 15072.6—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 6 部分。

本部分代替 GB/T 15072.6—1994《贵金属及其合金化学分析方法 钌、铱合金中铱量的测定》。

本部分与 GB/T 15072.6—1994 相比,主要有如下变动:

——标准名称由 GB/T 15072.6—1994《贵金属及其合金化学分析方法 钌、铱合金中铱量的测定》变更为《贵金属合金化学分析方法 钌、铱合金中铱量的测定 硫酸亚铁电流滴定法》;

——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;

——将原标准的范围 PtIr10、PtIr17.5、PtIr25、PdIr10、PdIr18 修改为本标准适用于 PtIr、PdIr、PtIrRu 合金中铱含量的测定;

——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、郭秋泉、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 15072.6—1994。

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

1 范围

本部分规定了铂、钯合金中铱含量的测定方法。

本部分适用于 PtIr、PdIr 合金中铱含量的测定。测定范围(质量分数):5%~30%。

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及一般规定

3 方法提要

试料用盐酸-过氧化氢封管氯化溶解。钯铱合金试液用活性铜粉置换分离钯,在盐酸介质中用氯酸钠溶液将铱氧化成四价。

在盐酸和硫酸介质中,用硫酸亚铁标准滴定溶液滴定铱(IV)。电流法指示终点。选定电位为+0.5 V。

4 试剂和材料

除非另有说明,试剂、器皿等应符合 YS/T 371 第 4 部分的规定。

4.1 活性铜粉:称取 1.0 g 锌粉于 100 mL 烧杯中,加 1 mL~2 mL 水润湿。加 10 mL 硫酸铜溶液(197 g/L),摇动 2 min~3 min,加 30 mL 盐酸(4.1.5)。当剧烈反应停止后,倾泻上层溶液,加 40 mL 盐酸(4.1.4)浸泡过夜。倾泻上层溶液,用水洗滌四次,所得活性铜粉供还原一份溶液使用。

4.2 过氧化氢(质量分数 30%)。

4.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.4 盐酸(1+1)。

4.5 盐酸(1+11)。

4.6 硫酸(1+1)。

4.7 氯化钠饱和溶液。

4.8 氯酸钠溶液(100 g/L)。

4.9 铱标准溶液

称取 0.250 0 g 海绵状金属铱粉(铱的质量分数不小于 99.95%),精确至 0.000 01 g,装入特制玻璃管中,按 YS/T 371 附录 A 溶解。溶液转入 500 mL 容量瓶中,加 250 mL 盐酸(4.1.3),冷却至室温,以水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含铱 0.500 0 mg。

4.10 硫酸亚铁标准滴定溶液 [$c(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})$ 约 0.001 1 mol/L]

4.10.1 配制:称取 0.318 g 硫酸亚铁,溶于 1 000 mL 硫酸溶液(4+96)中,混匀。

4.10.2 标定:标定与试料的测定平行进行。

移取 20.00 mL 铈标准溶液三份,分别置于 100 mL 量筒中,加 0.5 mL 氯酸钠溶液,4 mL 盐酸(4.3),混匀,静置约 10 min。加 0.2 mL 氯化钠饱和溶液,5 mL 硫酸(4.6),加水至总体积约 35 mL。插入吹气管,于吹气装置上吹气 10 min[气流量约每杯 1 L/min]。用约 10 mL 水冲洗吹气管和量筒壁,再吹气 10 min。取下,溶液转入 100 mL 烧杯中。用约 5 mL 水冲洗吹气管和量筒。重复三次。

在上述溶液中,插入铂指示电极和饱和甘汞电极,选定电位为 +0.5 V。开动磁力搅拌器,先用移液管加 20.00 mL 硫酸亚铁标准滴定溶液。再用微量滴定管滴定剩余的铈(IV)。电流指示,作图法求终点。平行标定所消耗的硫酸亚铁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)计算硫酸亚铁标准滴定溶液的实际浓度:

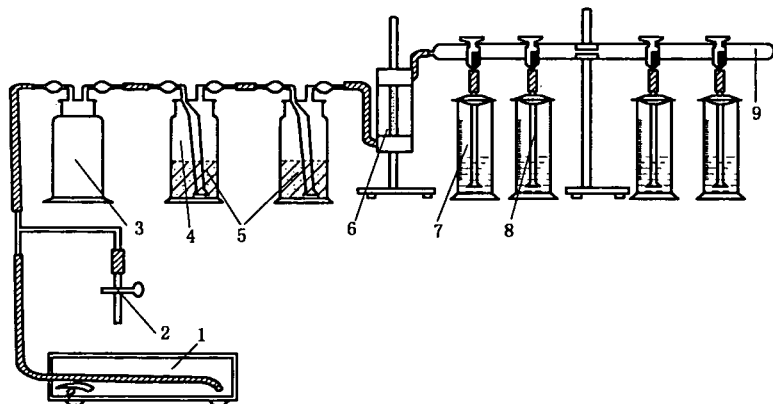
$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \times 10^{-3}}{V_2 \times 192.20} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c ——硫酸亚铁标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- c_0 ——铈标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_1 ——移取铈标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——标定时,滴定铈标准溶液所消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 192.20——铈的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

5 仪器、设备

- 5.1 天平:感量 0.000 01 g。
- 5.2 电流滴定装置
 - 5.2.1 普通极谱仪(检流计灵敏度 1×10^{-8} A/mm/M)。
 - 5.2.2 铂丝指示电极, $\phi \times L$, mm, 1.0 × 2.0。
 - 5.2.3 磁力搅拌器。
 - 5.2.4 铁芯搅拌棒。
 - 5.2.5 饱和氯化钾琼脂盐桥。
 - 5.2.6 饱和氯化钾甘汞电极。
- 5.3 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

5.4 恒温磁力搅拌器。

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。试液稀释体积为 100 mL,分取体积为 20.00 mL。

表 1

铌的质量分数/%	试料/g	铌的质量分数/%	试料/g
5.00~6.50	0.500	>17.50~18.50	0.139 0
>6.50~7.50	0.357 0	>18.50~19.50	0.132 0
>7.50~8.50	0.313 0	>19.50~20.50	0.125 0
>8.50~9.50	0.278 0	>20.50~21.50	0.119 0
>9.50~10.50	0.250 0	>21.50~22.50	0.114 0
>10.50~11.50	0.227 0	>22.50~23.50	0.109 0
>11.50~12.50	0.208 0	>23.50~24.50	0.104 0
>12.50~13.50	0.192 0	>24.50~25.50	0.100 0
>13.50~14.50	0.179 0	>25.50~26.50	0.096 0
>14.50~15.50	0.167 0	>26.50~27.50	0.093 0
>15.50~16.50	0.156 0	>27.50~28.50	0.089 0
>16.50~17.50	0.147 0	>28.50~30.00	0.086 0

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

试料按 YS/T 371 附录 A 的规定溶解。试液转入 100 mL 容量瓶中,加 30 mL 盐酸(4.3),冷却至室温,用水稀释至刻度。混匀。

7.4.2 试液处理

7.4.2.1 移取钽合金试液 20.00 mL 于 100 mL 烧杯中,于电炉上低温蒸发至 2 mL(不能蒸干),取下。加 40 mL 盐酸(4.5)和活性铜粉(4.1),将烧杯放入恒温磁力搅拌器上面的水浴皿中,在 50℃~60℃ 的水浴中加热搅拌 30 min,取下。试液用脱脂棉滤入 200 mL 烧杯中,用盐酸(4.5)洗涤烧杯和沉淀各四次。滤液于电炉上低温蒸发至 5 mL,加 10 mL 盐酸(4.3),2 mL 氯酸钠溶液(4.8),盖上表面皿,再煮沸至 5 mL,取下。试液转入 100 mL 量筒中,用 6 mL 盐酸(4.3)分三次滴洗烧杯壁和表面皿,再用水冲洗四次,每次约 2.5 mL。加 1 mL 氯酸钠溶液(4.8),混匀。静置约 10 min,加 20 mL 硫酸(4.6)。

7.4.2.2 移取钼合金试液 20.00 mL 于 100 mL 量筒中,加 8 mL 盐酸(4.3)、5 mL 硫酸(4.6)和 0.2 mL 饱和氯化钠溶液(4.7),加水至体积约 35 mL。

GB/T 15072.6—2008

7.4.3 吹气

于试液(7.4.2.1)或(7.4.2.2)中,插入吹气管,在吹气装置上吹气(钌合金试液的气流量为每杯1.5 L/min,钨合金试液的气流量为每杯1 L/min)。先吹气10 min,用约10 mL水冲洗量筒壁和吹气管,再吹气10 min,取下。试液转入100 mL烧杯中,用约5 mL水冲洗吹气管和量筒,重复三次。

7.4.4 滴定

将试液(7.4.3)置于电流滴定装置上,插入铂指示电极和饱和甘汞电极。选定电位为+0.5 V。开动磁力搅拌器,先用移液管加20.00 mL硫酸亚铁标准滴定溶液,滴定大部分铈(IV),再用微量滴定管滴定剩余的铈(IV)。以硫酸亚铁标准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。

8 分析结果的计算

按式(2)计算铈的质量分数 w_{Ce} ,数值以%表示:

$$w_{\text{Ce}} = \frac{c \times V_1 \times V_3 \times 192.20}{m_0 \times V_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——硫酸亚铁标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——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_0 ——试料的质量,单位为克(g);

192.20——铈的摩尔质量,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

%

铈的质量分数	允许差
5.00~9.00	0.03
>9.00~11.00	0.04
>11.00~17.00	0.05
>17.00~19.00	0.07
>19.00~24.00	0.08
>24.00~26.00	0.10
>26.00~30.00	0.12



GB/T 15072.6-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-31608

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
铂、钯合金中铱量的测定
硫酸亚铁电流滴定法
GB/T 15072.6—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：155066·1-31608 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