



中华人民共和国国家标准

GB/T 39138.1—2020

金镍铬铁硅硼合金化学分析方法 第1部分：金含量的测定 硫酸亚铁电位滴定法

Methods for chemical analysis of gold nickel chromium iron silicon boron alloys—
Part 1: Determination of gold content—
Potentiometric titration using ferrous sulfate

2020-10-11 发布

2021-09-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 39138《金镍铬铁硅硼合金化学分析方法》分为 3 个部分：

- 第 1 部分：金含量的测定 硫酸亚铁电位滴定法；
- 第 2 部分：镍含量的测定 丁二酮肟重量法；
- 第 3 部分：铬、铁、硅、硼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 39138 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：贵研铂业股份有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、贵研检测科技(云南)有限公司、江西省汉氏贵金属有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、长春黄金研究院有限公司、广东省工业分析检测中心。

本部分主要起草人：金娅秋、曾荷峰、陈登权、滕龙、甘建壮、付仕梅、杨平平、刘雷雷、孙宝莲、郁丰善、陈雄飞、田佳、黄富英、俞金生、陈永红、苏广东、陈小兰。

金镍铬铁硅硼合金化学分析方法

第 1 部分:金含量的测定

硫酸亚铁电位滴定法

1 范围

GB/T 39138 的本部分规定了金镍铬铁硅硼合金中金含量的测定方法。

本部分适用于金镍铬铁硅硼合金中金含量的测定。测定范围:15.00%~30.00%。

2 方法原理

试料用盐酸和硝酸溶解,在硫酸与磷酸介质中,用硫酸亚铁标准滴定溶液滴定 Au(Ⅲ)至 Au(0),电位法指示终点以计算金的质量分数。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.3 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

3.4 磷酸($\rho=1.70$ g/mL)。

3.5 硫酸与磷酸混合酸:取 50 mL 磷酸(3.4)于 300 mL 烧杯中,边搅拌边缓慢加入 50 mL 硫酸(3.3),混匀,冷却,移入试剂瓶中备用。

3.6 硫酸溶液(4+96)。

3.7 氯化钠溶液(250 g/L)。

3.8 硫酸亚铁标准滴定溶液(0.008 mol/L):

a) 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(3.6)的棕色玻璃瓶中,混匀,放置 7 d 以上标定。

b) 标定:标定与试料的测定平行进行。

移取 10.00 mL 金标准溶液(3.9)置于 100 mL 烧杯中,加入 0.5 mL 氯化钠溶液(3.7),水浴蒸至湿盐状,取下。加入 5 mL 硫酸与磷酸混合酸(3.5),加入水至 40 mL 体积。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[3.8a)]滴定至近终点时(即电位突跃值变化较大时),再用微量滴定管滴定至电位突跃点为终点。

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 0.020 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:

$$c = \frac{3 \times \rho_0 \cdot V_1}{196.966 \times V_2} \dots\dots\dots (1)$$

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);

3 ——硫酸亚铁标准滴定溶液将 Au(Ⅲ)滴定至 Au(0)时电子转移的数;

GB/T 39138.1—2020

- ρ_0 ——移取金标准溶液的质量浓度,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)。

3.9 金标准溶液:称取 0.500 0 g 金属金(质量分数不小于 99.99%),精确至 0.000 1 g。置于 400 mL 烧杯中,加入 12 mL 盐酸(3.1)、3 mL 硝酸(3.2),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 5.0 mL 氯化钠溶液(3.7),水浴蒸至湿盐状,取下。加入 4 mL 盐酸(3.1),用少量水冲洗烧杯壁,水浴蒸至湿盐状,反复四次,取下。加入 100 mL 盐酸(3.1),移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 金。

4 仪器

- 4.1 电位仪,最小电位检出精确度不大于 1 mV。
- 4.2 指示电极:铂电极。
- 4.3 参比电极:饱和氯化钾甘汞电极。
- 4.4 微量滴定管:最小刻度 0.005 mL。

5 试样

试样粒度应不大于 0.095 mm。

6 试验步骤

6.1 试料

称取试样 0.20 g,精确至 0.000 1 g。

6.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 200 mL 烧杯中,以少许水润湿,加入 15 mL 盐酸(3.1)、5 mL 硝酸(3.2),盖上表皿,低温加热溶解至不溶渣为白色。取下,冷却至室温,将试液移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。

6.4.2 移取 10.00 mL 上述试液于 100 mL 烧杯中,加入 1.0 mL 氯化钠溶液(3.7),水浴蒸至湿盐状,加入 4 mL 盐酸(3.1),用少量水冲洗烧杯壁,水浴蒸至湿盐状,反复 4 次,取下。

6.4.3 加入 5 mL 硫酸与磷酸混合酸(3.5),加入水至 40 mL 体积。于试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[3.8a)]滴定至近终点时(即电位突跃值变化较大时),再用微量滴定管滴定至电位突跃点为终点。

7 试验数据处理

金含量以金的质量分数 w_{Au} 计,按式(2)计算:

$$w_{Au} = \frac{c \cdot (V_5 - V_0) \cdot V_3 \times 196.966 \times 10^{-3}}{3 \times m_0 \cdot V_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

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_5 —— 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);
- V_0 —— 滴定空白所消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_3 —— 试液的总体积,单位为毫升(mL);
- 196.966 —— 金的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- 3 —— 硫酸亚铁标准滴定溶液将 Au(Ⅲ) 滴定至 Au(0)时电子转移的数;
- m_0 —— 试料的质量,单位为克(g);
- V_4 —— 分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。

8 精密度

8.1 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,在表 1 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)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 重复性限

$w_{Au} / \%$	14.97	20.46	29.99
$r / \%$	0.12	0.14	0.18

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列相对允许差。

表 2 允许差

$w_{Au} / \%$	允许差 / %
15.00~30.00	0.20

9 试验报告

试验报告中至少应给出以下几个方面的内容:

- 试样;
- 本部分编号(GB/T 39138.1—2020);

GB/T 39138.1—2020

- 分析结果及其表示；
 - 与基本分析步骤的差异；
 - 测定中观察到的异常现象；
 - 试验日期。
-