

中华人民共和国国家标准

合质金化学分析方法 EDTA 滴定法测定银量

GB/T 15249.2—94

Crude Gold—Determination of silver Content —EDTA titrimetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了合质金中银含量的测定方法。

本标准适用于合质金(矿金、冶炼粗金产品和回收金等)中银含量的测定。测定范围:0.5%~40%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

称取一定重量的被测试的合质金试料,用硝酸、盐酸溶解后稀释,过滤,用氨水溶解氯化银沉淀,在氨性溶液中加入镍氰化钾;镍被银定量取代,以紫脲酸铵为指示剂,用 EDTA 标准溶液滴定镍,从而计算银含量。

4 试剂和材料

4.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

4.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

4.3 氨水(1+1)。

4.4 紫脲酸铵指示剂:称取 0.3 g 紫脲酸铵与 25 g 氯化钠,研磨混合均匀。

4.5 镍氰化钾溶液(60 g/L):称取 15 g 镍氰化钾[$\text{KNi}(\text{CN})_3$],用 200 mL 热水溶解,冷却后稀释至 250 mL(用时配制)。

4.6 EDTA(乙二胺四乙酸二钠)标准滴定溶液[$c(\text{EDTA}) \approx 0.030 \text{ mol/L}$]:称取 11.2 g EDTA ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),用热水溶解,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中稀释至刻度。

4.7 纯银,99.99%。

4.8 纯金,99.99%。

5 分析步骤

5.1 试料

5.1.1 待测试料

按表 1 称取试料,精确至 0.000 1 g。

国家技术监督局 1994-10-07 批准

1995-08-01 实施

GB/T 15249.2—94

表 1

银 含 量, %	试 料, g
0.50~2.00	4.000 0
>2.00~5.00	1.000 0
>5.00~15.00	0.300 0
>15.00~40.00	0.200 0

5.1.2 标准试料

根据试样的化学成分,用纯金(4.8)及纯银(4.7)配制两个标准试料。

5.2 测定

5.2.1 将试料(5.1)分别置于 400 mL 烧杯中,加 20 mL 水,5 mL 硝酸(4.1),盖上表皿,低温加热溶解 30 min。

5.2.2 加入 20 mL 盐酸(4.2),低温加热使样品完全溶解,并生成氯化银沉淀,取下,洗涤表皿及杯壁,冷至室温后稀释至 200 mL,在电热板上低温加热至溶液清亮,使氯化银凝聚,取下稍冷。

5.2.3 洗涤表皿及杯壁,用 $\phi 9$ cm 的中速定量滤纸过滤,氯化银沉淀用温水冲洗 2~3 次并移入漏斗中,洗涤烧杯 3 次,洗涤沉淀 6~8 次至滤纸无色。

5.2.4 将滤纸展开同氯化银沉淀一起放回原烧杯中,在不断摇动下滴加 15 mL 氨水(4.3),至氯化银完全溶解。

5.2.5 将溶液(5.2.4)稀释至 100 mL 左右,加入 5 mL 镍氰化钾溶液(4.5)、50~100 mg 紫脲酸铵指示剂(4.4),立即用 EDTA 标准滴定溶液(4.6)滴定至溶液由黄色经红色变到紫色为终点。

6 分析结果的计算与表述

银的百分含量按下式计算:

$$Ag(\%) = \frac{V_2 \cdot m_1}{V_1 \cdot m_2} \times 100$$

式中: V_1 ——滴定标准试料消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积, mL;

V_2 ——滴定试料消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积, mL;

m_1 ——标准试料中的纯银质量, g;

m_2 ——试料的质量, g。

7 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 含 量	允 许 差	%
0.50~2.00	0.04	
>2.00~5.00	0.10	
>5.00~20.00	0.20	
>20.00~40.00	0.25	

GB/T 15249.2—94

附加说明:

本标准由中国人民银行印制总公司、国家黄金管理局共同提出。

本标准由中国金银冶炼厂、长春黄金研究所负责起草。

本标准主要起草人王自森、林乐琴、鲍珠玲。