

中华人民共和国国家标准

合质金化学分析方法 碘量法测定铜量

GB/T 15249.3—94

Crude Gold—Determination of copper content
—Iodometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了合质金中铜含量的测定方法。

本标准适用于合质金(矿金、冶炼粗金产品和回收金等)中铜含量的测定。测定范围:0.5%~30%。

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,用稀硝酸、盐酸分解,以氯化银沉淀分离银,以亚硫酸还原金离子成单体金,分离金、银后,加入硫酸冒三氧化硫烟,以驱除氮的氧化物,用稀氨水调节酸度,氟化氢铵掩蔽铁,在 pH3.0~4.0 的微酸性溶液中,铜(Ⅰ)与碘化钾作用游离出碘,再以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定。

4 试剂

4.1 碘化钾。

4.2 氟化氢铵。

4.3 硫氰酸钾。

4.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.6 硝酸(1+1)。

4.7 硫酸(1+1)。

4.8 亚硫酸(ρ 1.03 g/mL)。

4.9 氨水(1+1)。

4.10 淀粉溶液(5 g/L)。

4.11 铜标准溶液:称取 1.000 0 g 铜(99.99%)置于 300 mL 烧杯中,缓缓加入 40 mL 硝酸(4.6),盖上表皿,加热至完全溶解,取下,用水洗涤表皿及杯壁,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液含铜 1 mg/mL。

4.12 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.016 \text{ mol/L}$]。

4.12.1 配制:称取 4 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)置于 300 mL 烧杯中,加入煮沸过的冷蒸馏水溶

国家技术监督局 1994-10-01 批准

1995-08-01 实施

GB/T 15249.3—94

解,加入 0.1 g 碳酸钠,溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,加水定容。于暗处放置一周后标定。

4.12.2 标定:移取三份 25.00 mL 铜标准溶液分别置于 250 mL 烧杯中,加 5 mL 硫酸(4.7)蒸发至冒三氧化硫浓白烟,取下,冷却,用水吹洗杯壁,蒸发至冒尽三氧化硫烟,冷却后加 6 滴硫酸(4.7),吹洗杯壁,加水至约 30 mL,加热至盐类完全溶解,冷至室温。以下按 5.2.8 款操作。

4.12.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度按下式计算:

$$c = \frac{m}{V \times 0.063\ 54}$$

式中: c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——被标定溶液中所含的铜的质量, g;

V ——滴定铜标准溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

0.063 54——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000\ \text{mol/L}$] 相当的铜的质量, g。

平行标定所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的极差值应不超过 0.10 mL, 取其平均值。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取粉末状试料, 精确至 0.0001 g。

表 1

铜含量, %	试料, g	试液总体积, mL	分取试液体积, mL
0.500~3.50	1.000 0	—	全量
>3.50~7.00	0.500 0	—	全量
>7.00~15.00	0.500 0	50	20
>15.00~30.00	0.500 0	100	20

5.2 测定

5.2.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中, 加入 20 mL 水, 5 mL 硝酸(4.5), 盖上表皿, 低温加热约煮沸 30 min 后, 取下, 稍冷, 缓慢加入 20 mL 盐酸(4.4), 低温加热使试样完全溶解。

5.2.2 蒸发至近干, 取下稍冷, 用水吹洗表皿及杯壁, 加水至体积约 100 mL, 摇匀, 加热煮沸使可溶性盐类溶解, 取下。

5.2.3 用少量水吹洗表皿及杯壁, 在不断搅拌下, 缓缓加入 15 mL 亚硫酸(4.8)在热处静置 30 min。

5.2.4 洗净表皿, 沉淀用中速定量滤纸以倾析法过滤, 用热水洗涤 4 次, 然后将沉淀转移至滤纸上, 用热水洗涤滤纸及沉淀 6 次, 再用滴管以硝酸(4.6)洗涤 3 次[共用硝酸(4.6)的量约为 2 mL], 用热水洗涤 3 次。

5.2.5 滤液摇匀, 蒸发至溶液体积约 40 mL 时, 加 5 mL 硫酸(4.7), 摇匀, 蒸发至冒浓三氧化硫烟, 取下, 冷却, 用水吹洗杯壁蒸发至冒尽三氧化硫烟, 取下, 冷却。

5.2.6 滴加 14 滴(取全量时, 加 6 滴)硫酸(4.7)吹洗杯壁至溶液体积约 30 mL, 盖上表皿, 加热煮沸至盐类完全溶解, 冷至室温, 按表 1 移入容量瓶中(或全量滴定)用水稀释至刻度, 混匀。

5.2.7 按表 1 移取溶液(5.2.6)于 250 mL 烧杯中, 加 10 mL 水。

5.2.8 用氨水(4.9)调至蓝色铜氨络离子呈现, 加入氟化氢铵约 0.5 g, 摇匀, 加入碘化钾 3 g, 立即用硫代硫酸钠标准溶液滴定至淡黄色, 加入 5 mL 淀粉溶液(4.10), 继续滴定至淡蓝色, 加入 0.5~1 g 硫氰酸钾(铜含量低于 1% 不加硫氰酸钾)激烈摇振至蓝色加深, 再滴定至蓝色恰好消失即为终点(干扰元素

多时滴定溶液终点为黄色)。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算铜的百分含量：

$$\text{Cu}(\%) = \frac{c \cdot V_1 \cdot V_3 \times 0.06354}{m_1 \cdot V_2} \times 100$$

式中：c——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V₁——试液总体积，mL；

V₂——分取试液体积，mL；

V₃——滴定试液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

m₁——试料的质量，g；

0.06354——与1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液[c(Na₂S₂O₃)=1.000 mol/L]相当的铜的质量，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

%

铜 含 量	允 许 差
0.50~2.50	0.15
>2.50~10.00	0.20
>10.00~20.00	0.25
>20.00~30.00	0.30

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。

本标准由北京矿冶研究总院起草。

本标准主要起草人周以华。