



中华人民共和国国家标准

GB/T 15249.3—2009
代替 GB/T 15249.3—1994

合质金化学分析方法 第3部分：铜量的测定 碘量法

Methods for chemical analysis of crude gold—
Part 3: Determination of copper content—Iodometric method

2009-05-06 发布

2009-10-01 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

GB/T 15249《合质金化学分析方法》分为如下 5 个部分：

- 第 1 部分：金量的测定 火试金重量法；
- 第 2 部分：银量的测定 火试金重量法和 EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 4 部分：铅量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 5 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法。

本部分为 GB/T 15249 的第 3 部分。

本部分代替 GB/T 15249.3—1994《合质金化学分析方法 碘量法测定铜量》。

本部分与 GB/T 15249.3—1994 相比，主要有如下的变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 删除了“允许差”条款；
- 增加了“精密度”条款(重复性和再现性)；
- 增加了质量保证和控制条款。

本部分由中国人民银行提出。

本部分由全国金融标准化技术委员会(SAC/TC 180)归口。

本部分负责起草单位：北京矿冶研究总院。

本部分参加起草单位：成都印钞公司、长春黄金研究院、沈阳造币厂、上海造币厂和南京造币厂。

本部分主要起草人：汤淑芳、于力、周以华、邓海虹。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15249.3—1994。



合质金化学分析方法

第 3 部分：铜量的测定 碘量法

1 范围

GB/T 15249 的本部分规定了合质金中铜量的测定方法。

本部分适用于合质金(矿金、冶炼粗金产品和回收金等)中铜量的测定。测定铜的质量分数范围：0.50%~30.00%。

2 方法原理

用稀硝酸、盐酸分解试料，以氯化银沉淀分离银，亚硫酸还原 Au(Ⅲ)成单质金，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(Ⅱ)与碘化钾作用游离出碘，以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

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 碘化钾。

3.2 氟化氢铵。

3.3 硫氰酸钾。

3.4 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.6 硝酸(1+1)。

3.7 硫酸(1+1)，由硫酸(ρ 1.84 g/mL)配制。

3.8 亚硫酸(ρ 1.03 g/mL)。

3.9 氨水(1+1)。

3.10 淀粉溶液(5 g/L)。

3.11 铜标准溶液：称取 1.000 0 g 铜(质量分数不小于 99.99%)置于 300 mL 烧杯中，缓缓加入 40 mL 硝酸(3.6)，盖上表面皿，加热至完全溶解，取下，用水洗涤表面皿及杯壁，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

3.12 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.016 \text{ mol/L}$]：称取 4 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)于 300 mL 烧杯中，加入煮沸过的冷蒸馏水溶解，加入 0.1 g 碳酸钠，溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。于暗处放置 7 d 以后标定。

标定：移取三份 25.00 mL 铜标准溶液(3.11)，分别置于 250 mL 烧杯中，加 5 mL 硫酸(3.7)，加热蒸发至冒三氧化硫浓白烟，取下冷却。用水吹洗杯壁，继续加热蒸发至冒尽三氧化硫烟，冷却后加 6 滴硫酸(3.7)，吹洗杯壁，加水至约 30 mL，加热至盐类完全溶解，冷却至室温。以下按 4.3.8 操作。

计算：按式(1)计算硫代硫酸钠标准滴定溶液对铜的滴定系数：

$$F = \frac{m}{V} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

F ——硫代硫酸钠标准滴定溶液对铜的滴定系数，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m ——移取的铜标准溶液中铜的质量，单位为毫克(mg)；

V ——滴定铜标准溶液消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

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。

4 试样

试样加工成粉末状或屑状。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样(4),精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量及分取体积

铜的质量分数/%	试料量/g	试液总体积/mL	分取试液体积/mL
0.500~3.50	1.000	—	全量
>3.50~7.00	0.500	—	全量
>7.00~15.00	0.500	50	20.00
>15.00~30.00	0.500	100	20.00

5.2 测定次数

独立地进行二次测定,取其平均值。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 水、5 mL 硝酸(3.5),盖上表面皿,低温加热约微沸 30 min 后,取下稍冷,缓慢加入 20 mL 盐酸(3.4),低温加热使试料完全溶解。

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

5.3.3 用少量水吹洗表面皿及杯壁,在不断搅拌下,缓慢加入 15 mL 亚硫酸(3.8),加热至微沸并保持 30 min。

5.3.4 洗净表面皿,用中速定量滤纸以倾析法过滤,用热水洗涤烧杯 4 次,用热水洗涤滤纸及沉淀 6 次,再用滴管以硝酸(3.6)洗涤 3 次[共用硝酸(3.6)的量约为 2 mL],用热水洗涤 3 次。

5.3.5 滤液摇匀,蒸发至溶液体积约为 40 mL 时,加 5 mL 硫酸(3.7),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。

5.3.6 滴加 0.7 mL(取全量时,加 0.3 mL)硫酸(3.7),吹洗杯壁至溶液体积约 30 mL,盖上表面皿,加热煮沸至盐类完全溶解,冷却至室温,按表 1 试液总体积数据移入容量瓶中(V_2)(或全量滴定),以水定容。

5.3.7 按表 1 分取一定量(V_3)试液(5.3.6)于 250 mL 缩口烧杯中,加 10 mL 水。

5.3.8 用氨水(3.9)调至蓝色铜氨络离子呈现,加入约 0.5 g 氟化氢铵,摇匀,加入 3 g 碘化钾,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.12)滴定至淡黄色,加入 5 mL 淀粉溶液(3.10),继续滴定至淡蓝色,加入 0.5 g~1 g 硫氰酸钾(铜的质量分数低于 1% 则不加),激烈振荡至蓝色加深,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)。记下消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积(V_1)。

6 分析结果的计算

按式(2)计算铜的质量分数 $w(\text{Cu})$,数值以%表示:

$$w(\text{Cu}) = \frac{F \cdot V_1 \cdot V_2 \times 10^{-3}}{m_0 \cdot V_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

F ——硫代硫酸钠标准滴定溶液对铜的滴定系数，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

V_1 ——滴定试料溶液时消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——试液总体积，单位为毫升(mL)；

V_3 ——分取试液体积，单位为毫升(mL)；

m_0 ——试料的质量，单位为克(g)。

所得结果保留至小数点后第2位。

7 精密度

7.1 重复性

在重复条件下获得的两次独立测试结果的测试值，在表2给出的平均值范围内，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2数据采用线性内插法求得：

表2 重复性限

铜的质量分数/%	0.50	5.00	14.96	29.90
重复性限(r)/%	0.05	0.10	0.15	0.20
注：重复性限(r)为 $2.83S_r$ ， S_r 为重复性标准偏差。				

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值，在表3给出的平均值范围内，两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R)，超过再现性限(R)的情况不超过5%，再现性限(R)按表3数据采用线性内插法求得：

表3 再现性限

铜的质量分数/%	0.50	5.00	14.96	29.90
再现性限(R)/%	0.10	0.15	0.20	0.25
注：再现性限(R)为 $2.83S_R$ ， S_R 为再现性标准偏差。				

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时，也可用控制标样替代)，每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时，应找出原因，纠正错误后，重新进行校核。

中华人民共和国
国家标准
合质金化学分析方法
第3部分:铜量的测定 碘量法
GB/T 15249.3—2009

*

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 8 千字

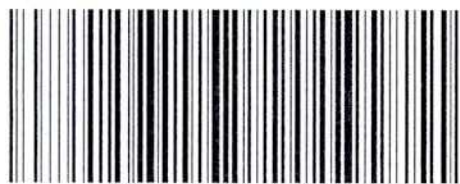
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

*

书号:155066·1-37842 定价 14.00 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



GB/T 15249.3—2009

打印日期:2009年7月14日