

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 645—2007

金化合物分析方法 金量的测定 硫酸亚铁电位滴定法

Method for analysis of gold compounds—
Determination of gold content—
Potentiometric titration using ferrous sulfate

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施



中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由贵研铂业股份有限公司负责起草。

本标准主要起草人：朱利亚、赵辉、陈云江、朱武勋。

本标准主要验证人：黄章杰、扬光宇。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准为首次发布。

金化合物分析方法

金量的测定

硫酸亚铁电位滴定法

1 范围

本标准规定了金化合物中金含量的测定方法。

本标准适用于 $\text{KAu}(\text{CN})_2$ 、 $\text{KAu}(\text{CN})_4$ 、 KAuCl_4 、 NaAuCl_4 、 HAuCl_4 中金含量的测定。测定范围：30%~95%。

2 方法提要

$\text{KAu}(\text{CN})_2$ 、 $\text{KAu}(\text{CN})_4$ 试料用盐酸与过氧化氢微波密闭分解； KAuCl_4 、 NaAuCl_4 、 HAuCl_4 试料用少许水溶解，再加盐酸与过氧化氢。在硫酸与磷酸介质中，用硫酸亚铁标准滴定溶液滴定 $\text{Au}(\text{III})$ 至 $\text{Au}(0)$ ，电位法指示终点以测定金含量。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.4 磷酸(ρ 1.70 g/mL)。

3.5 过氧化氢(体积分数为 30%)。

3.6 高锰酸钾溶液(20 g/L)。

3.7 硫酸(4+96)。

3.8 盐酸与硝酸混合酸：3 单位体积的盐酸与 1 单位体积的硝酸相混合。用时现配。

3.9 硫酸与磷酸混合酸：量取 200 mL 硫酸(3.3)于瓷蒸发皿中，加热至冒白浓烟，边搅拌边滴加高锰酸钾溶液至红色不褪，取下，冷却。加入 200 mL 磷酸，混匀。转入 500 mL 玻璃瓶中。

3.10 氯化钠溶液(250 g/L)。

3.11 金标准溶液：称取 0.50 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 10 mL 盐酸与硝酸混合酸(3.8)，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 5.0 mL 氯化钠溶液(3.10)，水浴蒸至湿盐状，取下。加 4 mL 盐酸，用少量水冲洗烧杯壁，水浴蒸至湿盐状。如此反复 3 次~4 次，取下。加 200 mL 盐酸(3.1)，转入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 金。

3.12 硫酸亚铁标准滴定溶液

3.12.1 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(3.7)的玻璃瓶中，混匀，放置一周后标定。

3.12.2 标定：标定与试料的测定平行进行。

移取 10.00 mL 金标准溶液于 100 mL 烧杯中，加 0.5 mL 氯化钠溶液(3.10)，水浴上蒸至湿盐状，取下。加 5 mL 硫酸与磷酸混合酸(3.9)，加水至 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，调节酸度计至电位档，于电磁搅拌下，用硫酸亚铁标准滴定溶液滴定至近终点时，再用微量滴定管滴定至电位值突跃最大为终点。

平行标定三份,所消耗硫酸亚铁标准滴定溶液(3.12)体积的极差不应超过 0.02 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:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \times 10^{-3}}{196.966 \times V_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c ——硫酸亚铁标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);
- c_0 ——移取金标准溶液的浓度,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)。

4 仪器

- 4.1 微波溶样仪(功率不大于 1 200 W)。
- 4.2 pH5-3C 型酸度计。
- 4.3 磁力搅拌器。
- 4.4 指示电极:铂电极。
- 4.5 参比电极:饱和氯化钾甘汞电极。
- 4.6 微波溶样罐:容积 100 mL。
- 4.7 微量滴定管:最小刻度 0.005 0 mL。
- 4.8 标准的容量瓶、移液管及滴定管。

5 试样

样品储存于密闭容器内,用时现称。

6 分析步骤

6.1 试料

- 6.1.1 称取 0.15 g $\text{KAu}(\text{CN})_2$ 、 $\text{KAu}(\text{CN})_4$ 试料,精确至 0.000 1 g。
- 6.1.2 称取 0.20 g KAuCl_4 、 NaAuCl_4 、 HAuCl_4 试料于称量瓶中,精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立进行两次测定,取其平均值。

6.3 测定

6.3.1 分解试料

6.3.1.1 将试料(6.1.1)置于微波溶样罐中,加 15 mL 盐酸(3.1)、5 mL 过氧化氢(3.5),密闭。置于微波溶样仪中,设置分解条件为功率 600 W、温度 200℃、升温时间 15 min、恒温时间 5 min 和压力约 2 756 kPa(390 psi)进行分解。待分解结束,取出微波溶样罐。将试液转入 400 mL 烧杯中,加 5 mL 氯化钠溶液(3.10)。

6.3.1.2 用少量水将试料(6.1.2)转入 400 mL 烧杯中,加 5 mL 盐酸(3.1)、0.2 mL 过氧化氢(3.5)、5 mL 氯化钠溶液(3.10)。

6.3.2 试液的处理

将试液(6.3.1.1、6.3.1.2)置于水浴上蒸至湿盐状,取下。用水溶解残渣,转入 100 mL 容量瓶中,并用水稀释至刻度,混匀。

6.3.3 滴定

移取 10.00 mL 试液于 100 mL 烧杯中,加 5 mL 硫酸与磷酸混合酸(3.9),加水至 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,调节酸度计至电位档,于电磁搅拌下,用硫酸亚铁标准滴定溶液(3.12)滴定至近终点时,再用微量滴定管滴定至电位值突跃最大为终点。

7 分析结果的表述

按式(2)计算金的质量分数 w_{Au} ,数值以%表示:

$$w_{Au} = \frac{c \cdot V_3 \cdot V_5 \times 196.966}{m_0 \cdot V_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——硫酸亚铁标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

V_3 ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

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);

196.966——金的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果应表示至两位小数。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表1所列允许相对差。

表 1

单位为%

金的质量分数	允许差
>30.00~70.00	0.15
>70.00~95.00	0.20

中华人民共和国有色金属
行业标准
金化合物分析方法
金量的测定
硫酸亚铁电位滴定法
YS/T 645—2007

*

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 6 千字
2007年7月第一版 2007年7月第一次印刷

*

书号:155066·2-17892 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



YS/T 645—2007