



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：

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

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)；