



中华人民共和国国家标准

GB/T 39138.1—2020

金镍铬铁硅硼合金化学分析方法 第 1 部分：金含量的测定 硫酸亚铁电位滴定法

Methods for chemical analysis of gold nickel chromium iron silicon boron alloys—
Part 1: Determination of gold content—
Potentiometric titration using ferrous sulfate

2020-10-11 发布

2021-09-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
金镍铬铁硅硼合金化学分析方法
第 1 部分:金含量的测定
硫酸亚铁电位滴定法
GB/T 39138.1—2020

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2020 年 10 月第一版

*

书号: 155066 · 1-65665

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 39138《金镍铬铁硅硼合金化学分析方法》分为 3 个部分：

——第 1 部分：金含量的测定 硫酸亚铁电位滴定法；

——第 2 部分：镍含量的测定 丁二酮肟重量法；

——第 3 部分：铬、铁、硅、硼含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 39138 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：贵研铂业股份有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、贵研检测科技(云南)有限公司、江西省汉氏贵金属有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、长春黄金研究院有限公司、广东省工业分析检测中心。

本部分主要起草人：金娅秋、曾荷峰、陈登权、滕龙、甘建壮、付仕梅、杨平平、刘雷雷、孙宝莲、郁丰善、陈雄飞、田佳、黄富英、俞金生、陈永红、苏广东、陈小兰。

金镍铬铁硅硼合金化学分析方法

第 1 部分：金含量的测定

硫酸亚铁电位滴定法

1 范围

GB/T 39138 的本部分规定了金镍铬铁硅硼合金中金含量的测定方法。

本部分适用于金镍铬铁硅硼合金中金含量的测定。测定范围：15.00%~30.00%。

2 方法原理

试料用盐酸和硝酸溶解，在硫酸与磷酸介质中，用硫酸亚铁标准滴定溶液滴定 Au(Ⅲ)至 Au(0)，电位法指示终点以计算金的质量分数。

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 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.3 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

3.4 磷酸($\rho=1.70$ g/mL)。

3.5 硫酸与磷酸混合酸：取 50 mL 磷酸(3.4)于 300 mL 烧杯中，边搅拌边缓慢加入 50 mL 硫酸(3.3)，混匀，冷却，移入试剂瓶中备用。

3.6 硫酸溶液(4+96)。

3.7 氯化钠溶液(250 g/L)。

3.8 硫酸亚铁标准滴定溶液(0.008 mol/L)：

a) 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 硫酸溶液(3.6)的棕色玻璃瓶中，混匀，放置 7 d 以上标定。

b) 标定：标定与试料的测定平行进行。

移取 10.00 mL 金标准溶液(3.9)置于 100 mL 烧杯中，加入 0.5 mL 氯化钠溶液(3.7)，水浴蒸至湿盐状，取下。加入 5 mL 硫酸与磷酸混合酸(3.5)，加入水至 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，于电磁搅拌下，用硫酸亚铁标准滴定溶液[3.8a)]滴定至近终点时(即电位突跃值变化较大时)，再用微量滴定管滴定至电位突跃点为终点。

平行标定三份，所消耗硫酸亚铁标准滴定溶液体积的极差不应超过 0.020 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：

$$c = \frac{3 \times \rho_0 \cdot V_1}{196.966 \times V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c —— 硫酸亚铁标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

3 —— 硫酸亚铁标准滴定溶液将 Au(Ⅲ) 滴定至 Au(0)时电子转移的数；