金化合物化学分析方法

金量的测定

硫酸亚铁电位滴定法

编制说明

（预审稿）

贵研铂业股份有限公司

2016年4月

金化合物化学分析方法 金量的测定 硫酸亚铁电位滴定法

编制说明

1 工作简况

1.1任务来源与协作单位

金化合物（KAu(CN)2、KAu(CN)4、KAuCl4、NaAuCl4、HAuCl4、AuCl3、[(C6H5)3P] AuCl）作为重要的贵金属材料，主要应用于饰品镀金、仪器仪表精饰、防腐、红外反射装置、电子线路等方面。2007年贵研铂业股份有限公司制定了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，但是随着电子、饰品等行业的快速发展，对金化合物的需求也越来越大，更多的金化合物已逐渐被认识和应用，如AuCl3、[(C6H5)3P] AuCl。然而通过对国内外文献及标准进行查阅，AuCl3通常采用重量法进行测定，测定周期较长，检测方法不适用于实际生产需要。同时尚未见[(C6H5)3P] AuCl相应的标准分析方法发布。为了对产品质量的更好监控，满足生产需要，使得建立AuCl3、[(C6H5)3P] AuCl中金量的测定方法成为必要。经过长期的试验积累，采用硫酸亚铁电位滴定法测定AuCl3、[(C6H5)3P] AuCl中金量，称样量小、方法准确稳定、结果偏差小、周期短、测定结果令人满意。所以对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进行修订，在原标准中增加AuCl3、[(C6H5)3P] AuCl，同时根据GB/T 1.1-2009、GB/T 20001.4-2001的要求，在原标准中增加了重复性限。

综合以上情况，研究了新增金化合物AuCl3、[(C6H5)3P] AuCl中金量的测定方法，进行了加标回收及方法精密度实验，结果与火试金法进行了比对，建立了一个准确可靠的测定方法，适用于AuCl3、[(C6H5)3P] AuCl等金化合物中金含量的测定。方法加标回收率：99.51%-100.45%；RSD＜0.10%。

 贵研铂业股份有限公司于2013年向上级主管部门提出修订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行业标准计划书，于2014年11月获全国有色金属标准化技术委员会批准，计划编号为2014-1434T-YS，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会，标准起草单位为贵研铂业股份有限公司、贵研检测科技（云南）有限公司等。

本标准主要起草人为：邢银娟、甘建壮 金娅秋 陶赛祥 杨梅英 曾荷峰 杨辉 王腾 赵文虎 马媛 匡飞平 朱武勋 XXX XXX ……。

本标准委托以下单位进行验证：

第一验证单位： 广州有色金属研究院；

 第二验证单位：1、江西汉氏铂业有限公司；

 2、铜陵有色稀贵金属分公司；

 3、紫金矿业集团股份有限公司；

1.2 主要工作过程、标准主要起草人所做工作

接到标准制定任务后，贵研铂业股份有限公司、贵研检测科技（云南）有限公司明确了标准的进度安排、任务分工、确定了编制标准的工作计划及技术路线。为确保制定标准的质量和水平，贵研铂业股份有限公司主持召开了该标准的内部预审会。同时，根据全国有色金属标准化技术委员会的要求，我们于2016年4月开展样品分析验证工作，并将标准分析方法讨论稿、编制说明和样品提交验证单位，以进行标准分析方法主要技术条件和样品分析结果准确度、精密度的验证实验。

2 标准编制原则和标准主要内容的确定

2.1 编制原则

对国内外相关方面文献及标准进行了详细的查新检索，AuCl3通常采用重量法进行测定，测定周期较长，检测方法不适用于实际生产需要。同时尚未见[(C6H5)3P] AuCl l相应的标准分析方法发布。经过长期的试验积累，采用硫酸亚铁电位滴定法测定AuCl3、[(C6H5)3P] AuCl中金量，称样量小、方法准确稳定、结果偏差小、周期短、测定结果令人满意。所以对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进行修订，本标准在修订时，提出以下编制原则。

2.1.1 本标准修订所涉及的试料加酸量，应能满足试料的分解及溶解要求。

2.1.2 本标准修订所涉及的测定酸度，应满足试料分析结果准确、可靠的测定要求。

2.2 确定标准主要内容的依据

2.2.1 关于试料分解条件的确定

2.2.1.1 AuCl3中盐酸及过氧化氢的加入量

由于AuCl3易溶解，采用原标准中KAuCl4、NaAuCl4、HAuCl4的溶解方法，加5mL盐酸、0.2mL过氧化氢，满足测定要求。

2.2.1.2 [(C6H5)3P] AuCl中硝酸的加入量

由于硝酸在试验中具有破坏试料中有机基团的功能，所以试选了硝酸加入量为5mL、10mL、15mL、20mL分别进行实验，结果表明，所测数据没有明显差异，加入硝酸过少则试料不能完全分解，本次试验选择加入量为10mL。

2.2.1.3 [(C6H5)3P] AuCl中高氯酸的加入量

高氯酸加入量为1mL、3mL、5mL、7mL、10mL分别进行实验，结果表明，所1mL高氯酸不能使试料完全分解，3mL、5mL、7mL、10mL测数据没有明显差异，本次试验选择加入量为5mL。

2.2.2 关于测定酸度的确定

硫酸与磷酸混合酸加入量为1mL、3mL、5mL、7mL、10mL ，结果表明，测数据没有明显差异，与原标准一致，本次试验选择加入量为5mL。

2.3 本标准的适用范围：

 本标准适用于KAu(CN)2、KAu(CN)4、KAuCl4、NaAuCl4、HAuCl4、AuCl3、[(C6H5)3P] AuCl中金量的测定。

2.4 元素的测定范围：

 金含量为：30%～95%。

2.5 新旧标准水平对比：

 修订后的标准适用范围改为“本标准适用于KAu(CN)2、KAu(CN)4、KAuCl4、NaAuCl4、HAuCl4、AuCl3、[(C6H5)3P] AuCl中金量的测定”，增加了AuCl3、[(C6H5)3P] AuCl，扩大了标准适用范围。同时增加了重复性限要求，使标准更加合理、规范。

3 验证试验结果

3.1 重复性限

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不大于重复性限（r），以大于重复性限（r）的情况不超过5%为前提。重复性限（r）按表1采用线性内插法求得。

表1

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 金的质量分数/% | 38.62 | 47.65 |
| 重复性限（r）/% | 0.101 | 0.050 |

3.2 允许差

实验室之间分许结果的差值应不大于下表2所列允许差。

 表2 单位：%

|  |  |
| --- | --- |
|  金的质量分数/% | 允许差/% |
| 30.00～70.00 |  0.15 |
|  ＞70.00～95.00 |  0.20 |

4 与国内外同类标准对比

对国内外标准进行了查阅，仅查到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的行业标准，未检索到三苯基磷氯化金的相关检测标准。

5 参考文献

［1］朱利亚、金娅秋、安中庆，等.GB/T 15072.1-2008贵金属合金化学分析方法 金、铂、钯合金中金量的测定 硫酸亚铁电位滴定法［S］.

［2］朱利亚、金娅秋、安中庆，等.YS/T 645-2007贵金属化合物分析方法 金量的测定 硫酸亚铁电位滴定法［S］.

［3］王素芳、郝玉林、强京林，等.HG/T 3446-2003 化学试剂 氯金酸（氯化金）［S］.

［4］陈杰、王自森、邢桂珍，等.GB/T 15249.1-2009 合质金化学分析方法 金量的测定 火试金重量法［S］.

［5］王自森、陈杰、赖茂明，等.GB/T 11066.1-2008 金化学分析方法 金量的测定 火试金法［S］.