

ICS 77.120.99
CCS H 15



中华人民共和国国家标准

GB/T 15072.1—XXXX

代替GB/T 15071.1—2008

贵金属合金化学分析方法 第1部分：金含量的测定

Methods for chemical analysis of precious metal alloys

Part 1: Determination of gold content

(送审稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 15072《贵金属合金化学分析方法》第1部分，GB/T 15072 由 17 个部分构成：

- 第1部分：金含量的测定。
- 第2部分：银含量的测定。
- 第3部分：铂含量的测定。
- 第4部分：钯含量的测定。
- 第6部分：铀含量的测定。
- 第7部分：多元素含量的测定。
- 第8部分：铜含量的测定。
- 第9部分：钨、钼含量的测定。
- 第10部分：镍含量的测定。
- 第12部分：钒、铈、钆、钇含量的测定。
- 第17部分：钨含量的测定。
- 第20部分：铈含量的测定。
- 第21部分：钒含量的测定。
- 第22部分：锰含量的测定。
- 第23部分：钴含量的测定。
- 第24部分：锡含量的测定。
- 第25部分：铜、锰、铋、镍含量的测定。

本文件代替 GB/T 15072.1-2008《贵金属合金化学分析方法 金、铂、钯合金中金含量的测定》，与 GB/T 15072.1-2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a)更改了测定范围的上限，由“99.5%”更改为“99.6%”（见第1章，2008年版的第1章）；
- b)更改了滴定设备，将“电位计”更改为“自动电位滴定仪”（见4.3.2，2008年版的第5章）；
- c)增加了“火试金重量法”（见第5章）；
- d)增加了“再现性”要求（见4.7.2）；
- e)删除了“允许差”要求（见2008年版的9.2）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：贵研检测科技（云南）有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司、云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司、贵研资源（易门）有限公司、北矿检测技术股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、山东恒邦冶炼股份有限公司、江西省君鑫贵金属科技材料有限公司、山东中金岭南铜业有限责任公司、紫金矿业集团股份有限公司、郴州市产品质量监督检验所、南京市产品质量监督检验院（南京市质量发展与先进技术应用研究院）、昌乐诚信黄金有限公司、金川集团股份有限公司。

本文件主要起草人：杨辉、赵万春、滕龙、向磊、孙祺、白鑫、金娅秋、朱武勋、李秋莹、齐涛、陈晓科、陈丽华、王皓莹、吴卓葵、王凌燕、郁丰善、王晓、陈祝海、张卓佳、高瑞峰、张琪、王玮、冯燕波、罗仙、宋凯悦、张欣雅、田大鹏、陈能、宋萌、郭杨、杨华东、李倍、马丽、刘伟、李力

本文件及其所替代文件发布情况：

本文件 1978 年首次发布，1994 年第一次修订，2008 年第二次修订，本次为第三次修订。

引 言

贵金属合金是由一种或多种贵金属（如金、银、铂、钯等）与其他金属或非金属元素组成的合金材料。这些合金不仅能够保持贵金属的优良属性，如耐腐蚀性、导电性、延展性等，还能通过添加其他金属来改变或增强合金的某些物理、化学或机械性能。这使得贵金属合金在提高材料实用性和降低成本方面具有重要意义，广泛应用于汽车工业、电子通讯、新能源、石油化工、兵器工业、航空航天等领域。GB/T 15072 旨在建立一套化学成分分析的方法标准，以满足贵金属合金产品生产和贸易的需求。

GB/T 15072 由 17 个部分构成。

- 第 1 部分：金含量的测定。目的在于建立电位滴定法和火试金重量法测定贵金属合金中金含量的方法。
- 第 2 部分：银含量的测定。目的在于建立电位滴定法和火试金重量法测定贵金属合金中银含量的方法。
- 第 3 部分：铂含量的测定。目的在于建立电位滴定法测定贵金属合金中铂含量的方法。
- 第 4 部分：钯含量的测定。目的在于建立重量法和滴定法测定贵金属合金中钯含量的方法。
- 第 6 部分：铱含量的测定。目的在于建立电位滴定法测定贵金属合金中铱含量的方法。
- 第 7 部分：多元素含量的测定。电感耦合等离子体原子发射光谱法测定贵金属合金中多元素含量的测定方法。
- 第 8 部分：铜含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中铜含量的方法。
- 第 9 部分：铟、锆含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中铟、锆含量的方法。
- 第 10 部分：镍含量的测定。目的在于建立滴定法和重量法测定贵金属合金中镍含量的方法。
- 第 12 部分：钒、铈、钨、钼含量的测定。目的在于建立分光光度法测定贵金属合金中钒、铈、钨、钼含量的方法。
- 第 17 部分：钨含量的测定。目的在于建立重量法测定贵金属合金中钨含量的方法。
- 第 20 部分：铑含量的测定。目的在于建立分光光度法和重量法测定贵金属合金中铑含量的方法。
- 第 21 部分：钌含量的测定。目的在于建立分光光度法测定贵金属合金中钌含量的方法。
- 第 22 部分：锰含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中锰含量的方法。
- 第 23 部分：钴含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中钴含量的方法。
- 第 24 部分：锡含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中锡含量的方法。
- 第 25 部分：铜、锰、铋、镍含量的测定。目的在于建立原子吸收光谱法测定贵金属合金中铜、锰、铋、镍含量的方法。

自 1978 年以来，先后发布了 2 个版本的 GB/T 15072。GB/T 15072.1-2008 发布实施已十余年，测定范围已不能完全覆盖产品标准要求。鉴于此，确有必要对 GB/T 15072.1-2008 进行修订，确保标准适应行业变化和市场需求。

本文件进一步提高了标准的适用性，测定范围完全覆盖产品标准要求，满足了市场需求。在提升贵金属合金产品质量，促进其生产、贸易及扩大应用需求方面具有重要意义。

贵金属合金化学分析方法

第 1 部分：金含量的测定

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了通过硫酸亚铁电位滴定法和火试金重量法测定贵金属合金中金含量的测定方法。

本文件适用于贵金属合金中金含量的测定。硫酸亚铁电位滴定法测定范围（质量分数）：3.0%~99.6%；火试金重量法测定范围（质量分数）：5.0%~99.6%。

注：采用硫酸亚铁电位滴定法为仲裁方法。火试金重量法不适用于含铂族金属总量大于 0.20 mg 的试样。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法一 硫酸亚铁电位滴定法

4.1 原理

试料用硝酸、盐酸分解；含铂、铑、铱的试料用盐酸、过氧化氢密闭分解。铑、铱、锡及高量的铂，钯用氯化亚铜还原金与之分离。在硫酸与磷酸混合酸介质中，用硫酸亚铁标准滴定溶液将 Au (I) 还原至 Au (0) 滴定电位法指示终点以测定金的质量分数。

4.2 试剂或材料

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。

4.2.1 盐酸 ($\rho=1.19$ g/mL)。

4.2.2 硝酸 ($\rho=1.42$ g/mL)。

4.2.3 硫酸 ($\rho=1.84$ g/mL)。

4.2.4 磷酸 ($\rho=1.70$ g/mL)。

4.2.5 过氧化氢 ($\rho=1.10$ g/mL)。

4.2.6 高锰酸钾溶液 (20 g/L)。

4.2.7 硫酸溶液 (4+96)。

4.2.8 盐酸与硝酸混合酸：3 体积盐酸 (4.2.1) 与 1 体积硝酸 (4.2.2) 混合均匀。用时现配。

4.2.9 硫酸与磷酸混合酸：量取 200 mL 硫酸 (4.2.3) 于瓷蒸发皿中，加热至冒白浓烟，搅拌下滴加高锰酸钾溶液 (4.2.6) 至红色不褪，取下，冷却。加入等体积磷酸 (4.2.4)，混匀。转入 600 mL 玻璃瓶中。

4.2.10 盐酸溶液（1+9）。

4.2.11 氯化钠溶液（200 g/L）。

4.2.12 氯化亚铜溶液：称取 3.0 g 氯化亚铜，置于 100 mL 烧杯中，加入 30 mL 盐酸（4.2.1），转入 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。用时现配。

4.2.13 硫酸亚铁标准滴定溶液按以下步骤进行配制和标定。

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 5000 mL 硫酸溶液（4.2.7）的玻璃瓶中，混匀，放置一周后标定。

b) 标定：标定与试料的测定平行进行。

移取 10.00 mL 金标准溶液于 100 mL 烧杯中，加 0.5 mL 氯化钠溶液（4.2.11），水浴蒸至湿盐状，取下。加 5 mL 硫酸与磷酸混合酸（4.2.9），加水至约 40 mL。将烧杯放在滴定转盘上，启动自动电位滴定仪，将已连接在自动电位滴定仪上的电极和滴定管插入样品溶液中，搅拌至少 20 s（设备推荐参数参见附录 A）。用硫酸亚铁标准滴定溶液进行电位滴定至终点。从电位滴定曲线或 dE/dV 曲线确定终点。记录终点所消耗的硫酸亚铁标准溶液体积 V_2 。平行测定三份，其标定所消耗硫酸亚铁标准滴定溶液体积的极差应不超过 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：

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

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）；

196.966——金的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

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）。

4.2.14 金标准溶液：称取 0.2500 g 金属金（ $w_{\text{Au}} \geq 99.99\%$ ），置于 600 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐酸与硝酸混合酸（4.2.8），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，加入 0.5 mL 氯化钠溶液（4.2.11），水浴蒸至湿盐状，取下。加入 6 mL 盐酸（4.2.1），用少量水冲洗烧杯壁，水浴蒸至湿盐状。反复 4~5 次，取下。加 50 mL 盐酸（4.2.1），转入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 金。

4.3 仪器设备

4.3.1 天平：感量 0.01 mg。

4.3.2 滴定装置：自动电位滴定仪。推荐仪器工作参数参见附录 A。

4.3.3 烘箱（温度不大于 300℃）。

4.3.4 聚四氟乙烯消化罐：壁厚 25 mm，容积 30 mL，达到以上条件的消化罐均可使用。

4.4 样品

样品加工成碎屑，碎屑的厚度不大于 0.2 mm，长度、宽度不大于 2 mm。用冰醋酸浸泡 10 min 后，再用无水乙醇洗净、晾干，混匀。

4.5 试验步骤

4.5.1 试料

按表 1 称取试料，精确至 0.00001 g。

表1 试料量、定容和分取体积

金的质量分数/%	试料/g	定容体积/mL	分取体积/mL
3.00~5.00	0.20	/	/
>5.00~10.00	0.15	/	/
>10.00~20.00	0.10	50	20.00
>20.00~50.00	0.25	100	15.00
>50.00~99.60	0.20	100	10.00

4.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

4.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 试料的分解

4.5.4.1.1 将试料（4.5.1）置于 100 mL 烧杯中，先加入 5 mL 硝酸（4.2.2），盖上表面皿，低温加热溶解 5 min，再加入 15 mL 盐酸（4.2.1），低温加热至溶解完全。取下，冷却。用水冲洗表面皿及烧杯壁。

4.5.4.1.2 将含铂、铑、铱试料（4.5.1）置于聚四氟乙烯溶样罐中，加入 15 mL 盐酸（4.2.1）、5 mL 过氧化氢（4.2.5），于烘箱中 150°C±5°C 溶解 12 h，取出，冷至室温。

4.5.4.2 试液的处理

4.5.4.2.1 将试液（4.5.4.1.1、4.5.4.1.2）按表 1 定容、分取于 100 mL 烧杯中，加入 0.5 mL 氯化钠溶液（4.2.11），蒸至湿盐状，取下。加入 2 mL 盐酸（4.2.1），用少量水冲洗烧杯壁，蒸至湿盐状。反复 5~6 次，取下。

4.5.4.2.2 于含锡、铂、铑、铱残渣（4.5.4.2.1）中加入 2 mL 盐酸（4.2.1）、8 mL 氯化亚铜溶液（4.2.12），盖上表面皿，低温煮沸 2 min，取下，用水冲洗表面皿及烧杯壁。用 3 号玻璃砂漏斗过滤，用盐酸溶液（4.2.10）洗涤沉淀及烧杯 4~5 次，弃去洗涤液。用 20 mL 热盐酸（4.2.1）、5 mL 过氧化氢（4.2.5）溶解沉淀至完全，并用水洗涤漏斗 4~5 次，溶解液和洗涤液合并于原烧杯中。加入 0.5 mL 氯化钠溶液（4.2.11），水浴蒸至湿盐状，取下。

4.5.4.3 滴定

于残渣（4.5.4.2.1、4.5.4.2.2）中加入 5 mL 硫酸与磷酸混合酸（4.2.9），加水至约 40 mL，将烧杯放在滴定转盘上，启动自动电位滴定仪，将已连接在自动电位滴定仪上的电极和滴定管插入样品溶液中，搅拌至少 20 s（设备推荐参数参见附录 A）。用硫酸亚铁标准滴定溶液（4.2.13）进行电位滴定至终点。从电位滴定曲线或 dE/dV 曲线确定终点。记录终点所消耗的硫酸亚铁标准溶液体积。

4.6 试验数据处理

金含量以金的质量分数（ w_{Au} ）计，按公式（2）计算：

$$w_{Au} = \frac{c \cdot (V_5 - V_0) \cdot V_3 \times 196.966}{m_0 \cdot V_4} \times 100\% \quad \dots \dots \dots (2)$$

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_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）；

V_0 ——滴定空白所消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_3 ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

m_0 ——试料的质量，单位为克（g）；

V_4 ——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

196.966——金的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

试验结果的数值按GB/T 8170的规定进行修约，计算结果表示到小数点后两位。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

精密度数据是 2024 年由 10 家实验室对 5 个金含量不同的水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的金含量在重复条件下独立测定 7 次。测量的原始数据见附录 C。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，按表 2 给出的平均值范围内，这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或外延法求得：

表 2 重复性限

金的质量分数/%	3.02	6.05	9.81	39.88	99.32
r /%	0.04	0.04	0.11	0.14	0.57

4.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（ 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。精密度数据统计见附录 C。

表 3 再现性限

金的质量分数/%	3.02	6.05	9.81	39.88	99.32
R /%	0.05	0.08	0.19	0.22	0.58

5 方法二 火试金重量法

5.1 方法原理

试料含锡、铜、镍含量大于 20%的，经配料、熔融，获得相当质量的含有贵金属的铅扣与易碎性的熔渣。通过灰吹使金、银与铅扣分离，得到金银合粒，合粒经硝酸分金后称量，用随同测定的纯金标样校正后计算试料中金的质量分数。

试料含锡、铜、镍含量不大于 20%的，加入适量的银，包于铅箔中，于 920℃进行灰吹，使铅及杂质氧化与金银分离，得到金银合粒。合粒经硝酸分金后称量，用随同测定的纯金标样校正后计算试料中金的质量分数。

5.2 试料或材料

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。

5.2.1 碳酸钠：工业纯，粉状。

5.2.2 氧化铅：工业纯，粉状。

5.2.3 无水硼砂：工业纯，粉状。

5.2.4 二氧化硅：工业纯，粉状。

5.2.5 淀粉，粉状。

- 5.2.6 冰醋酸 ($\rho=1.05$ g/mL)。
- 5.2.7 硝酸 ($\rho=1.42$ g/mL)。
- 5.2.8 纯银 ($w_{Ag}\geq 99.99\%$)。
- 5.2.9 标准金, 用于标准试样 ($w_{Au}\geq 99.99\%$)。
- 5.2.10 铅粒 ($w_{Pb}\geq 99.99\%$)。
- 5.2.11 铝箔 ($w_{Pb}\geq 99.99\%$): 厚度为 0.1 mm, 剪成正方形, 每张重约 5 g。
- 5.2.12 覆盖剂 (8+6+1): 8 份碳酸钠与 6 份硼砂与 1 份二氧化硅混合。
- 5.2.13 混合剂 (10+1): 10 份氧化铅与 1 份面粉混合。
- 5.2.14 硝酸溶液 (1+1)。
- 5.2.15 硝酸溶液 (2+1)。
- 5.2.16 硝酸溶液 (3+1)。
- 5.2.17 硝酸溶液 (1+5)。
- 5.2.18 冰醋酸溶液 (1+1)。

5.3 仪器和器具

- 5.3.1 天平: 感量 0.01 mg。
- 5.3.2 箱式高温炉。
- 5.3.3 碾片机: 可碾厚度 0.1 mm。
- 5.3.4 瓷坩锅: 30 mL。
- 5.3.5 瓷坩埚: 50 mL。
- 5.3.6 镁砂灰皿: 外径 40 mm, 内径 30 mm, 高 33 mm, 凹面深度 17 mm。
- 5.3.7 分金篮: 用 0.5 mm~1.0 mm 不锈钢片组成 1.0 cm 正方格体。
- 5.3.8 不锈钢长柄钳子。
- 5.3.9 棕毛刷或尼龙刷。

5.4 样品

样品加工成碎屑, 碎屑的厚度不大于 0.2 mm, 长度、宽度不大于 2 mm。用冰醋酸浸泡 10 min 后, 再用无水乙醇洗净、晾干, 混匀。

5.5 试验步骤

5.5.1 试料

按表 4 称取试料, 精确至 0.00001 g。

表 4 试料量

金的质量分数/%	试料/g
5.00~10.00	0.50
>10.00~20.00	0.45
>20.00~50.00	0.40
>50.00~99.60	0.30

5.5.2 平行试验

平行做两份试验, 取其平均值。

5.5.3 标准金试验

随同试料做标准金试验。

5.5.4 试料处理

5.5.4.1 锡+铜+镍含量不大于 20%的试料 (5.5.1) 加入纯银 (5.2.8) 使其金银比例为 1: 2.5, 加入 10 g 铅粒 (5.2.10), 用铝箔 (5.2.11) 包裹成球形或直接用 15 g 铝箔 (5.2.11) 包裹成球形。

5.5.4.2 锡+铜+镍含量大于 20%的试料 (5.5.1) 放入瓷坩埚 (5.3.4) 中, 加入纯银 (5.2.8) 使其金银比例为 1: 2.5, 加入 20 g 混合剂 (5.2.13)、10 g 铅粒 (5.2.10) 搅拌均匀, 表面盖上约 5 g 覆盖剂 (5.2.12)。置于 900°C 高温炉内, 关闭炉门 10 min 内升至 930°C 保持 20 min。取出冷却后, 去掉熔渣使铅扣与熔渣分离, 将铅扣捶成立方体。

5.5.5 灰吹

灰皿 (5.3.6) 在 950°C 左右预热 20 min, 将试料 (5.5.4.1)、(5.5.4.2) 和标准金试料交叉放入灰皿 (5.3.6) 中, 待试料熔铅脱膜全部熔化后, 半炉门通风, 在 920°C ± 10°C 进行氧化灰吹。待出现光辉点后关闭炉门切断电源, 在炉温降至约 750°C 取出灰皿, 冷却。

5.5.6 金银合粒处理

用镊子将金银合粒 (5.5.5) 取出, 置于 30 mL 瓷坩埚 (5.3.4) 中, 加入 20 mL 冰醋酸溶液 (5.2.18), 置于电热板上, 保持近沸 5 min, 取下, 冷却。倾出溶液, 用水洗涤瓷坩埚及金银合粒, 重复三次。将瓷坩埚及金银合粒放在电热板上烘干, 在箱式高温炉 (5.3.1) 中 650°C ~ 700°C 退火 5 min。取出, 冷却, 碾成 0.15 mm ~ 0.20 mm 薄片, 在箱式高温炉 (5.3.1) 中 650°C ~ 700°C 退火 3 min, 将退火后的金银片卷成圆筒状, 放入分金篮中。

5.5.7 分金

5.5.7.1 第一次分金: 将分金篮 (5.5.6) (试料中金含量 ≤ 10% 的金银合金卷) 放入已预热至 90°C ~ 95°C 的硝酸溶液 (5.2.17) 中分金, 持续加热 30 min 或赶尽氮氧化物烟雾为止, 取出分金篮, 用热水洗涤 3 次; (试料中金含量 > 10% 的金银合金卷) 放入已预热至 90°C ~ 95°C 的硝酸溶液 (5.2.14) 中分金, 加热 30 min, 取出分金篮, 用热水洗涤 3 次。

5.5.7.2 第二次分金: 将分金篮 (5.5.7.1) (试料中金含量 ≤ 10% 的金银合金卷) 放入预热至约 110°C 的硝酸溶液 (5.2.14) 中加热 25 min, 取出分金篮, 用热水洗涤 3 次; (试料中金含量 > 10% 的金银合金卷) 放入预热至约 110°C 的硝酸溶液 (5.2.15) 中加热 25 min, 取出分金篮, 用热水洗涤 3 次。

5.5.7.3 第三次分金: 将分金篮 (5.5.7.2) 放入预热至约 110°C 的硝酸溶液 (5.2.16) 加热 25 min, 取出分金篮, 用热水洗涤 3 次。

5.5.8 灼烧与称重

将清洗过的金卷放入瓷坩埚 (5.3.5) 中, 放在电热板上低温干燥, 然后在箱式高温炉 (5.3.2) 内于 800°C 灼烧 3 min, 取出, 冷却, 称取金卷质量。

5.6 试验数据处理

金含量以金的质量分数 (w_{Au}) 计, 数值以 % 表示, 按下列步骤计算:

5.6.1 计算标准金卷分金后增量:

$$F = m_3 - m_4 \cdot E \dots\dots\dots (3)$$

式中:

F——标准金卷分金后增量, 单位为克 (g);

m_3 ——测得纯金卷质量, 单位为克 (g);

m_4 ——称取纯金的质量, 单位为克 (g);

E——纯金的质量分数, 数值以 % 表示。

当纯金卷分金后增量极差值不大于 0.00010 g 时, 计算两份纯金卷分金后增量平均值; 否则应重新进行测定。

5.6.2 金含量以金的质量分数 (w_{Au}) 计, 按公式 (4) 计算:

$$w_{Au} = \frac{m_1 - \bar{F}}{m_2} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——测得试料金卷质量, 单位为克 (g);

\bar{F} ——标准金卷分金后增量平均值, 单位为克 (g);

m_2 ——称取试料质量, 单位为克 (g)。

试验结果的数值按GB/T 8170的规定进行修约, 计算结果表示到小数点后两位。

5.7 精密度

5.7.1 重复性

精密度数据是 2024 年由 11 家实验室对 4 个金含量不同的水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的金含量在重复条件下独立测定 7 次。测量的原始数据见附录 C。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值, 按表 5 给出的平均值范围内, 这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 5 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5 重复性限

金的质量分数/%	6.43	39.94	69.95	99.55
r /%	0.06	0.11	0.13	0.11

5.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限 (R), 超过再现性限 (R) 的情况不超过 5%, 再现性限 (R) 按表 6 数据采用线性内插法求得。精密度数据统计见附录 C。

表 6 再现性限

金的质量分数/%	6.43	39.94	69.95	99.55
R /%	0.10	0.13	0.16	0.14

6 试验报告

本章规定试验报告所包含的内容。至少应给出以下几个方面的内容:

- 试验对象;
- 使用的标准 (包括发布或出版年号);
- 使用的方法 (如果标准中包括几个方法);
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 观察到的异常现象;
- 试验日期。

附录A

(资料性)

电位滴定仪推荐工作参数

使用自动电位滴定仪测定金含量，推荐工作参数见表A.1。

表A.1 电位滴定仪推荐工作参数

仪器推荐参数					
电极 (mV)	速度(%)	dE (mV)	滴定剂添加模式	模式	阈值 (mV/mL)
DM140-SC	35	8	动态添加	平衡控制模式	200

附录B

(资料性)

精密度统计数据

表 B.1 给出了方法一硫酸亚铁电位滴定法（2024 年由 10 家实验室对金含量的 5 个不同水平样品，在重复性条件下独立测定 7 次）的精密度统计数据。表 B.2 给出了方法二火试金重量法法（2024 年由 11 家实验室对金含量的 4 个不同水平样品，在重复性条件下独立测定 7 次）的精密度统计数据。

表 B.1 方法一精密度统计数据

元素	水平	离群	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准差(S_r)	再现性标准差(S_R)	重复性限(r) %	再现性限(R) %
Au	1	0	10	70	3.02	0.000183	0.000343	0.038	0.052
	2	0	10	70	6.05	0.000246	0.000861	0.044	0.082
	3	0	10	70	9.81	0.00145	0.00482	0.11	0.19
	4	0	10	70	39.89	0.00264	0.00595	0.14	0.22
	5	0	10	70	99.32	0.04149	0.04320	0.57	0.58

表 B.2 方法二精密度统计数据

元素	水平	离群	结果可接受的实验室个数	可接受的数据个数	平均值 %	重复性标准差(S_r)	再现性标准差(S_R)	重复性限(r) %	再现性限(R) %
Au	1	0	11	77	6.44	0.000415	0.000876	0.06	0.10
	2	0	11	77	39.95	0.00156	0.00053	0.11	0.13
	3	0	11	77	69.95	0.00120	0.00311	0.12	0.16
	4	0	11	77	99.55	0.00175	0.00250	0.12	0.14

附录C

(资料性)

验证试验原始数据

方法一试验验证原始数据是在 2024 年由 10 家实验室对金含量的 5 个样品进行试验，每个水平的金含量在重复性条件下独立测定 7 次，结果见表 C.1。方法二试验验证原始数据是在 2024 年由 11 家实验室对金含量的 4 个样品进行试验，每个水平的金含量在重复性条件下独立测定 7 次，结果见表 C.2。

表C.1 方法一贵金属合金中金含量验证试验原始数据

水平数	金(质量分数)/% n=7							平均值 %	RSD %
	1	2	3	4	5	6	7		
1	3.02	3.01	3.03	3.03	3.02	3.03	3.04	3.03	0.274
	3.00	3.00	2.99	3.00	2.99	3.01	3.00	3.00	0.273
	3.01	3.01	3.02	3.01	3.02	3.02	3.02	3.02	0.189
	3.04	3.05	3.04	3.03	3.04	3.05	3.03	3.04	0.265
	3.05	3.04	3.03	3.04	3.04	3.03	3.02	3.03	0.341
	3.02	3.03	3.03	3.02	3.02	3.03	3.03	3.02	0.151
	2.99	3.05	2.97	3.04	2.97	3.00	3.04	3.01	1.097
	3.03	3.03	3.03	3.03	3.03	3.03	3.03	3.03	0.095
	3.01	3.02	3.02	3.03	3.01	3.03	3.03	3.02	0.243
	3.02	3.00	2.97	3.02	3.00	2.99	3.01	3.00	0.589
2	6.07	6.05	6.06	6.06	6.06	6.07	6.06	6.06	0.110
	6.01	6.03	6.03	5.99	5.99	6.01	5.98	6.01	0.316
	6.06	6.05	6.06	6.07	6.07	6.06	6.06	6.06	0.091
	6.04	6.03	6.05	6.03	6.05	6.05	6.06	6.04	0.154
	6.07	6.08	6.07	6.06	6.06	6.08	6.07	6.07	0.147
	6.05	6.06	6.06	6.06	6.06	6.07	6.06	6.06	0.091
	5.98	6.00	6.04	6.03	5.98	6.03	6.06	6.02	0.484
	6.07	6.06	6.06	6.06	6.07	6.07	6.07	6.06	0.083
	6.09	6.07	6.09	6.07	6.06	6.08	6.08	6.08	0.152
	6.00	6.05	5.98	6.03	5.99	6.06	6.02	6.02	0.490
3	9.81	9.79	9.75	9.82	9.85	9.76	9.78	9.79	0.358
	9.90	9.95	9.92	9.96	9.99	9.97	9.95	9.95	0.311
	9.79	9.76	9.82	9.80	9.84	9.78	9.76	9.79	0.305
	9.75	9.84	9.81	9.74	9.79	9.83	9.76	9.79	0.406
	9.86	9.82	9.91	9.86	9.81	9.80	9.79	9.84	0.435
	9.76	9.77	9.79	9.81	9.80	9.78	9.79	9.79	0.176
	9.78	9.70	9.76	9.77	9.80	9.79	9.76	9.77	0.334
	9.77	9.76	9.78	9.84	9.81	9.82	9.79	9.80	0.290
	9.85	9.88	9.92	9.97	9.85	9.84	9.89	9.89	0.470
	9.75	9.66	9.81	9.77	9.69	9.76	9.83	9.75	0.623
4	39.90	39.88	39.84	39.84	39.85	39.80	39.85	39.85	0.080

	39.93	39.99	39.90	39.92	39.97	40.04	40.01	39.97	0.127
	39.84	39.80	39.89	39.88	39.86	39.90	39.81	39.85	0.098
	39.94	39.89	39.87	39.95	39.98	39.91	39.92	39.92	0.093
	39.96	39.93	39.88	39.86	39.82	39.89	39.84	39.88	0.123
	39.84	39.88	39.89	39.86	39.87	39.89	39.85	39.87	0.049
	39.88	39.76	39.96	39.91	39.80	39.83	39.98	39.87	0.206
	39.82	39.86	39.86	39.89	39.90	39.84	39.86	39.86	0.065
	39.99	40.04	40.02	39.97	39.97	40.00	39.92	39.99	0.098
	39.82	39.73	39.75	39.78	39.86	39.80	39.83	39.80	0.115
5	99.02	99.51	99.11	99.21	99.61	99.53	98.95	99.28	0.271
	99.09	99.37	99.10	99.53	99.34	99.48	99.05	99.28	0.200
	98.89	99.19	99.41	99.38	99.27	99.52	99.22	99.27	0.205
	99.67	99.25	99.14	99.38	99.11	99.46	99.23	99.32	0.199
	99.35	99.13	99.05	99.16	99.66	99.51	99.08	99.28	0.237
	99.57	99.11	99.29	99.43	99.13	99.08	99.16	99.25	0.187
	99.02	99.38	99.11	99.61	99.24	99.41	99.03	99.26	0.223
	99.38	99.57	99.28	99.14	99.49	99.06	99.61	99.36	0.213
	99.51	99.22	99.12	99.51	99.59	99.55	99.53	99.43	0.185
99.49	99.55	99.62	99.48	99.58	99.46	99.42	99.51	0.071	

表C.2 方法二贵金属合金中金含量验证试验原始数据

编号	金（质量分数）/% n=7							平均值 %	RSD %
	1	2	3	4	5	6	7		
1	6.43	6.44	6.45	6.45	6.45	6.44	6.46	6.45	0.136
	6.50	6.49	6.48	6.51	6.51	6.49	6.50	6.50	0.167
	6.45	6.43	6.46	6.46	6.44	6.45	6.44	6.45	0.173
	6.41	6.41	6.49	6.35	6.37	6.44	6.40	6.41	0.715
	6.32	6.39	6.40	6.35	6.39	6.37	6.35	6.37	0.451
	6.37	6.40	6.35	6.42	6.38	6.41	6.39	6.39	0.377
	6.40	6.42	6.45	6.42	6.42	6.46	6.41	6.43	0.334
	6.43	6.44	6.46	6.46	6.44	6.46	6.45	6.45	0.188
	6.41	6.41	6.41	6.40	6.41	6.41	6.41	6.41	0.065
	6.45	6.46	6.48	6.46	6.45	6.46	6.47	6.46	0.152
6.42	6.47	6.42	6.45	6.44	6.47	6.45	6.45	0.321	
2	39.95	39.97	39.91	39.92	39.97	39.95	39.98	39.95	0.066
	40.04	39.88	39.89	39.98	39.94	39.99	40.01	39.96	0.151
	39.99	39.91	39.98	39.96	39.92	39.91	39.92	39.94	0.086
	39.89	39.94	39.87	39.84	39.98	39.92	39.99	39.92	0.140
	39.82	40.00	39.73	39.86	39.77	39.85	39.75	39.83	0.230
	39.91	39.84	39.94	39.93	39.90	39.87	39.96	39.91	0.104
	40.01	39.95	40.02	39.98	39.89	39.96	39.96	39.97	0.108
	39.99	39.94	39.91	39.89	39.88	39.93	40.01	39.94	0.123

	39.97	39.97	39.97	39.98	39.96	39.96	39.96	39.97	0.014
	40.00	39.96	39.97	39.97	40.00	39.98	39.99	39.98	0.043
	39.98	40.00	39.97	40.02	39.96	40.03	40.01	40.00	0.066
3	69.91	69.97	69.98	69.93	69.95	69.92	69.93	69.94	0.037
	70.04	69.97	69.80	69.89	69.88	69.93	70.06	69.94	0.132
	69.99	69.95	69.97	69.96	69.91	69.93	69.90	69.94	0.047
	69.99	70.03	70.04	70.06	69.92	70.03	70.05	70.02	0.069
	69.61	69.77	70.25	70.10	69.87	69.92	69.80	69.90	0.306
	69.92	69.90	69.97	69.88	69.98	69.85	69.93	69.92	0.067
	69.92	69.91	69.82	69.84	69.86	69.88	69.94	69.88	0.063
	70.02	69.89	69.89	69.93	69.94	69.92	69.95	69.93	0.063
	69.97	69.98	69.97	69.97	69.97	69.97	69.97	69.97	0.007
	69.99	69.92	70.00	69.97	69.96	69.97	69.94	69.96	0.038
	69.98	69.99	69.94	70.01	70.01	69.98	69.99	69.99	0.034
4	99.61	99.58	99.54	99.63	99.58	99.63	99.60	99.60	0.032
	99.52	99.50	99.58	99.58	99.63	99.48	99.40	99.53	0.078
	99.58	99.57	99.52	99.52	99.59	99.58	99.52	99.55	0.033
	99.58	99.43	99.57	99.52	99.55	99.58	99.51	99.53	0.054
	99.42	99.50	99.55	99.42	99.58	99.51	99.61	99.51	0.074
	99.57	99.60	99.50	99.61	99.63	99.52	99.56	99.57	0.048
	99.58	99.56	99.52	99.58	99.62	99.58	99.58	99.57	0.030
	99.54	99.53	99.63	99.64	99.57	99.65	99.59	99.59	0.049
	99.49	99.50	99.49	99.49	99.50	99.50	99.51	99.50	0.007
	99.56	99.57	99.60	99.59	99.59	99.57	99.58	99.58	0.015
	99.54	99.52	99.53	99.55	99.55	99.56	99.60	99.55	0.026