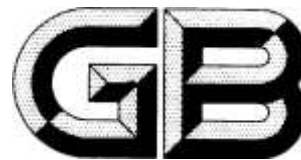


ICS 77.120.99

CCS H 15



中华人民共和国国家标准

GB/T 15072.3—XXXX

代替 GB/T 15072.3—2008

贵金属合金化学分析方法 第3部分：铂含量的测定

Methods for chemical analysis of precious metal alloys

Part 3: Determination of platinum contents

(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 3 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：铟、铅含量的测定。
- 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：铑含量的测定。
- 第 21 部分：钨含量的测定。
- 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 15072.3-2008《贵金属合金化学分析方法 金、铂、钯合金中铂量的测定 高锰酸钾电流滴定法》，与 GB/T 15072.3-2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了检测设备，将“电流滴定装置-极谱仪”更改为“自动电位滴定仪”（见 6.2，见 2008 年版的 5.1）；
- b) 删除了硫酸的使用（见 2008 年版的 4.12.2 和 7.3.2）；
- c) 更改了试液的处理吹气等条件（见 5.5 和 8.4，见 2008 年版的 3.7.2 和 6.3.2）；
- d) 增加了“重复性”和“再现性”（见 10.1 和 10.2）；
- 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、江西省君鑫贵金属科技材料有限公司、贵研资源（易门）有限公司、云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司、北矿检测技术股份有限公司、励福（江门）环保科技股份有限公司、金川集团股份有限公司、中宝正信金银珠宝首饰检测有限公司、云南黄金矿业集团贵金属检测有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、国标（北京）检验认证有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司丹霞冶炼厂。

本文件主要起草人：梁洁、杨梅英、赵文虎、向磊、孙琪、艾姝含、赵振皓、金娅秋、朱武勋、李秋莹、郁丰善、张天琦、杜浩、谢卓森、徐艳燕、刘振江、陈晓科、李肖瑶、李娜、侯玉连、陈能、罗仙、刘惠敏、陈兴刚、房源、冯燕波、田佳、林佩佩、杨帆、罗雄、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：钨、钼含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中钨、钼含量的方法。
- 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、铌、钽、钇含量的测定。目的在于建立分光光度法测定贵金属合金中钒、铌、钽、钇含量的方法。
- 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 15072.3-2008 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 15072.3-2008 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3部分：铂含量的测定

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

本文件描述了高锰酸钾电位滴定法对贵金属合金中铂含量的测定方法。

本文件适用于贵金属合金中铂含量的测定。测定范围（质量分数）：5.00%~95.00%。

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 原理

试料置于聚四氟乙烯消化罐中，加盐酸与过氧化氢，于烘箱中加热溶解。在稀盐酸溶液中用氯化亚铜将铂（IV）还原至铂（II），用高锰酸钾标准滴定溶液滴定，电位法指示终点以测定铂含量。

5 试剂和材料

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。

5.1 盐酸（ $\rho=1.19\text{ g/mL}$ ）。

5.2 过氧化氢（ $\rho=1.10\text{ g/mL}$ ）

5.3 氯化钠饱和溶液。

5.4 氯化亚铜溶液（40 g/L）：称取4.0 g氯化亚铜，置于100 mL容量瓶中，加40 mL盐酸（5.1）并用水稀释至刻度，混匀。用时现配。

5.5 高锰酸钾标准滴定溶液 $c[1/5(\text{KMnO}_4)]=0.0044\text{ mol/L}$ 按以下步骤配制和标定：

a) 配制：称取0.7 g高锰酸钾，置于5 L烧杯中，加入4 L水，加热并煮沸1.5 h，静置过夜。用三号玻璃砂芯漏斗过滤，以水稀释至5 L，混匀，贮于棕色瓶中，暗处保存。

b) 标定：标定与试料的测定平行进行。

移取10.00 mL铂标准溶液于150 mL烧杯中，加0.5 mL氯化钠饱和溶液（5.3），低温蒸至湿盐状，加3 mL盐酸（5.1），3 mL水，低温蒸至湿盐状，取下。加入1 mL盐酸（5.1），转入100 mL高型烧杯中，加3 mL氯化亚铜溶液（5.4），冲洗高型烧杯壁，加水至约35 mL，摇匀。将高型烧杯放入预先烧开的水中，保持微沸10 min，取出。将吹气管插入高型烧杯中吹气15 min，取下，用水冲洗高型烧杯及吹气管，再重复吹气15 min，将溶液转入120 mL滴定杯中。

将滴定杯放在滴定转盘上，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）。用高锰酸钾标准滴定溶液（5.5）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。记录终点所消耗的高锰酸钾标准溶液体积 V_2 。平行测定三份，其标定所消耗高锰酸钾标准滴定溶液（5.5）体积的极差应不超过0.05 mL，取其平均值。

高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度按公式（1）计算：

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \cdot 10^{-3}}{195.08 \times V_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

c ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每毫升（mol/ml）；

c_0 ——铂标准溶液的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V_1 ——移取铂标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

195.08——铂的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

V_2 ——标定中所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

5.6 铂标准溶液：称取 0.5 g 金属铂（质量分数 $\geq 99.99\%$ ），精确至 0.00001 g。于聚四氟乙烯消化罐中加 20 mL 盐酸（5.1）、5 mL 过氧化氢（5.2），密闭，置于烘箱中于 $150^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 加热 48 h 至完全溶解，待冷却至室温，转入 500 mL 容量瓶中，加 200 mL 盐酸（5.1），以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铂。

6 仪器设备

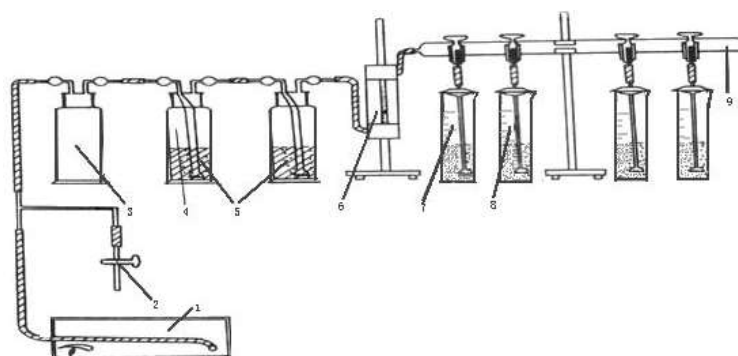
6.1 天平：感量 0.01 mg。

6.2 滴定装置：自动电位滴定仪。推荐仪器工作参数参见附录 A。

6.3 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。

6.4 烘箱（温度不大于 300°C ）。

6.5 吹气装置，如图 1 所示。



1—无油气体压缩机；2—二通玻璃活塞；3—安全瓶；4—洗气瓶(500 mL)；5—重铬酸钾-硫酸洗涤液；
6—空气流量计(10 L/min~15 L/min)；7—高型烧杯（100 mL）；8—吹气管，末端有6个小孔；9—玻璃管（ $\Phi 20$ mm）

图1 吹气装置示意图

7 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。

8 试验步骤

8.1 试料

按表 1 称取样品，精确至 0.00001 g。

表 1 试料量、定容和分取体积

Pt 的质量分数/%	试料/g	定容体积/mL	分取体积/mL
5.00~10.00	0.20	/	/
>10.00~50.00	0.30	100	10
>50.00~70.00	0.15	100	10
>70.00~95.00	0.10	100	10

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于聚四氟乙烯消化罐（6.3）中，加 15 mL 盐酸（5.1）、5 mL 过氧化氢（5.2），于烘箱中 150°C±5°C 溶解 12 h。

8.4.2 不含金试液（8.4.1）按表 1 定容、分取于 150 mL 烧杯中，加 0.5 mL 氯化钠饱和溶液（5.3），盖上表面皿，低温蒸至湿盐状，加 3 mL 盐酸（5.1）、3 mL 水，低温蒸至湿盐状。加入 1 mL 盐酸（5.1），转入 100 mL 高型烧杯中，加 3 mL 氯化亚铜溶液（5.4），冲洗高型烧杯壁，加水至总体积为 35 mL，摇匀。将高型烧杯放入预先烧开的水中，保持微沸 10 min，取出。将吹气管插入高型烧杯中吹气 15 min，取下，用水冲洗高型烧杯及吹气管，再重复吹气 15 min。将溶液转入 120 mL 滴定烧杯中。

8.4.3 含金试液（8.4.1）按表 1 定容、分取于 150 mL 烧杯中，加 0.5 mL 氯化钠饱和溶液（5.3），盖上表面皿，低温蒸至湿盐状，加 3 mL 盐酸（5.1）、3 mL 水，低温蒸至湿盐状。加入 1 mL 盐酸（5.1），转入 100 mL 高型烧杯中，加 5 mL 氯化亚铜溶液（5.4），冲洗高型烧杯壁，加水至总体积为 35 mL，摇匀。将高型烧杯放入预先烧开的水中，保持微沸 10 min，取出。将吹气管插入高型烧杯中吹气 15 min，取下，用水冲洗高型烧杯及吹气管，再重复吹气 15 min。将溶液经定性滤纸过滤分金后转入 120 mL 滴定烧杯中。

8.4.4 将滴定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），用高锰酸钾标准滴定溶液（5.5）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。记录终点所消耗的高锰酸钾标准溶液体积。

9 试验数据处理

铂含量以铂的质量分数（ w_{Pt} ）计，按公式（2）计算：

$$w_{Pt} = \frac{c \cdot (V_5 - V_0) \cdot V_3 \times 195.08}{m_0 \cdot V_4} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每毫升（mol/mL）；

V_5 ——滴定试液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白试液所消耗的高锰酸钾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）；

195.08——铂的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m_0 ——试料的质量，单位为克（g）；

V_4 ——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

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。

10 精密度

10.1 重复性

精密度数据是在 2024 年由 11 家实验室对铂含量的 3 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的铂含量在重复性条件下独立测定 7 次。测量的原始数据见附录 C。在在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 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

Pt 的质量分数/%	4.97	59.94	95.03
r /%	0.10	0.21	0.36

10.2 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超过再现性限（ 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 B。

表 3 再现性限

Pt 的质量分数/%	4.97	59.94	95.03
R /%	0.12	0.22	0.42

11 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铂含量，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	30	3	动态添加	平衡控制模式	500

附录B
(资料性)
精密度统计数据

表 B 给出了高锰酸钾电位滴定法（2024 年由 11 家实验室对铂含量的 3 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 高锰酸钾电位滴定法精密度统计数据

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) %
Rh	1	1	9	62	4.98	0.023	0.040	0.09	0.11
	2	0	9	63	59.97	0.004	0.075	0.21	0.21
	3	0	10	70	95.02	0.079	0.150	0.36	0.42

附录C
(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据是由11家实验室对3个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个铂含量在重复性条件下独立测定7次。测量的原始数据见表C。

表C 精密度试验原始数据

Pt	实验数	水平数	Pt 的质量分数/(%)，n=7						
	1	1	1	4.97	4.99*	4.97	4.97	4.96	4.97
2		2	60.01	59.93	59.96	59.92	59.93	59.96	59.90
3		3	95.10	94.99	95.03	95.03	94.99	95.08	94.98
2	1	1	4.96	4.97	5.01	5.01	5.01	4.98	4.99
	2	2	59.79	59.89	60.03	60.06	60.11	59.87	60.08
	3	3	95.05	95.10	95.08	94.97	94.91	94.80	95.07
3	1	1	5.10	4.87	4.92	5.05	5.26	5.15	4.82
	2	2	95.10	95.22	94.95	95.13	94.92	95.07	95.02
4	1	1	60.29	59.89	60.48	59.63	59.83	60.47	60.02
5	1	1	4.95	4.94	4.96	4.95	4.96	4.95	4.95
	2	2	59.89	59.91	59.92	59.98	60.01	59.93	59.96
	3	3	94.96	94.95	94.97	95.01	95.03	94.96	95.06
6	1	1	4.96	5.06**	4.97	4.95	4.95	4.93	4.95
	2	2	59.98	60.00	59.99	60.04	59.96	59.98	59.96
	3	3	95.06	95.16	95.08	95.13	95.10	95.11	95.08
7	1	1	4.96	5.11	4.89	5.06	5.03	5.14	5.02
8	1	1	5.01	4.97	5.04	4.99	5.02	4.98	5.00
	2	2	59.96	60.10	60.08	60.00	59.97	60.19	59.96
	3	3	95.15	95.16	95.15	95.10	95.03	94.94	95.14
9	1	1	4.98	5.00	4.99	4.98	4.97	5.02	5.02
	2	2	59.95	60.06	60.04	59.88	59.86	59.99	60.02
	3	3	95.12	95.06	95.16	95.02	94.98	95.06	95.13
10	1	1	4.96	4.95	4.95	4.96	4.98	4.95	4.97
	2	2	59.95	59.97	59.96	59.94	59.95	59.96	59.96
	3	3	95.05	95.03	95.04	95.06	95.00	95.05	95.09
11	1	1	4.95	4.99	4.97	4.96	5.01	4.96	4.98
	2	2	59.95	59.93	60.04	59.98	59.90	60.01	59.98
	3	3	94.97	95.05	94.91	94.97	95.01	95.11	95.02

注：歧离值用(*)标出，离群值用(**)标出