



中华人民共和国国家标准

GB/T 15072.18—2008
代替 GB/T 15072.20—1994

贵金属合金化学分析方法 金合金中锆和镱量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Test method of precious metal alloys—Determination of zirconium and gadolinium contents for gold alloys—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2008-03-31 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
贵 金 属 合 金 化 学 分 析 方 法
金 合 金 中 锆 和 镓 量 的 测 定
电 感 耦 合 等 离 子 体 原 子 发 射 光 谱 法
GB/T 15072.18—2008

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码 : 100045

网 址 www.spc.net.cn

电 话 : 68523946 68517548

中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷
各 地 新 华 书 店 经 销

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.5 字 数 10 千 字
2008 年 6 月 第 一 版 2008 年 6 月 第 一 次 印 刷

*

书 号 : 155066 · 1-31543

如 有 印 装 差 错 由 本 社 发 行 中 心 调 换
版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话 : (010)68533533

前 言

本标准是对 GB/T 15072—1994《贵金属及其合金化学分析方法》(所有部分)的整合修订,分为 19 个部分:

- 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;
- GB/T 15072.2—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中银量的测定 氯化钠电位滴定法;
- 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;
- GB/T 15072.4—2008 贵金属合金化学分析方法 钯、银合金中钯量的测定 二甲基乙二醛肟重量法;
- GB/T 15072.5—2008 贵金属合金化学分析方法 金、钯合金中银量的测定 碘化钾电位滴定法;
- GB/T 15072.6—2008 贵金属合金化学分析方法 铂、钯合金中铱量的测定 硫酸亚铁电流滴定法;
- GB/T 15072.7—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中铬和铁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.8—2008 贵金属合金化学分析方法 金、钯、银合金中铜量的测定 硫脲析出 EDTA 络合返滴定法;
- GB/T 15072.9—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中铟量的测定 EDTA 络合返滴定法;
- GB/T 15072.10—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中镍量的测定 EDTA 络合返滴定法;
- GB/T 15072.11—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中钌和铑量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.12—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中钒量的测定 过氧化氢分光光度法;
- GB/T 15072.13—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中锡、铈和镧量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.14—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中铝和镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.15—2008 贵金属合金化学分析方法 金、银、钯合金中镍、锌和锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.16—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中铜和锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- GB/T 15072.17—2008 贵金属合金化学分析方法 铂合金中钨量的测定 三氧化钨重量法;
- GB/T 15072.18—2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中锇和镓量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;

——GB/T 15072.19—2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中钒和镁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 15072—2008 的第 18 部分。

本部分代替 GB/T 15072.20—1994《贵金属及其合金化学分析方法 金合金中锆量的测定》。

本部分与 GB/T 15072.20—1994 相比,主要有如下变动:

——名称由《贵金属及其合金化学分析方法 金合金中锆量的测定》变更为《贵金属合金化学分析方法 金合金中锆和镓量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》;

——采用电感耦合等离子体原子发射光谱法代替原标准使用的分光光度法;

——将方法的适用范围由原标准的 AuNiFeZr9-2-0.3、AuNiFeZr5-1.5-0.3 合金扩展到 AuNi-FeZr、AuGa 系列合金;其中 AuGa 为新增系列;

——锆的测定范围(质量分数)由 0.1%~0.5%扩展到 0.1%~2%;

——增加了镓元素的同时测定,测定范围(质量分数)为 0.1%~2%;

——采用重复性和相对允许差替代原标准使用的允许差。

本部分的附录 A 为资料性附录。

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归口。

本部分由贵研铂业股份有限公司负责起草。

本部分主要起草人:王应进、方卫、马媛、李楷中、罗一江、李光俐。

本部分主要验证人:贺与平、单云。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 15072.20—1994。

贵金属合金化学分析方法

金合金中锆和镓量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本部分规定了金合金中锆和镓量的测定方法。

本部分适用于 AuNiFeZr 和 AuGa 合金中锆和镓量的测定。测定范围(质量分数):0.1%~2%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

YS/T 371 贵金属合金化学分析方法总则及一般规定

3 方法提要

试料用盐酸-硝酸混合酸溶解,亚硫酸还原分离金,用电感耦合等离子体原子发射光谱法(以下简称 ICP-AES)测定,计算锆和镓的质量分数。

4 试剂和材料

除非另有说明,本部分所用试剂和材料均应符合 YS/T 371 的规定。

4.1 氩气($w(\text{Ar}) \geq 99.95\%$)。

4.2 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

4.3 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

4.4 盐酸-硝酸混合酸(4+1),用时现配。

4.5 盐酸(1+9)。

4.6 亚硫酸(以 SO_2 计,含量不少于 6%)。

4.7 镓标准贮备溶液:称取 0.100 0 g 金属镓($w(\text{Ga}) \geq 99.95\%$),置于 150 mL 烧杯中。加入 10 mL 盐酸(4.5),盖上表面皿,低温加热至溶解完全。冷却至室温,用盐酸(4.5)移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1.000 mg 镓。

4.8 锆标准贮备溶液

4.8.1 配制:称取 3.532 g 氯化锆酰($\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$),置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(4.5),溶解完全后移入 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 5 mg 锆。

4.8.2 标定:移取 10.00 mL 锆标准贮备溶液(4.8.1)于 400 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸(4.2)和 100 mL 水,加热至近沸。在搅拌下加入 50 mL 苦杏仁酸(150 g/L),充分搅拌至沉淀析出,于 $80^\circ\text{C} \sim 90^\circ\text{C}$ 保温 0.5 h。静置 4 h 以上。慢速滤纸过滤。用热洗涤液(每升溶液中含 20 g 苦杏仁酸、20 mL 盐酸(4.2))洗涤 7~8 次。沉淀连同滤纸放入瓷坩埚中,灰化后移入高温炉中,于 1000°C 灼烧 1 h。取出坩埚。稍冷,放入干燥器中,冷至室温后称量。平行标定三份,三次称重的极差值应不大于 1.0 mg,取其平均值。

按式(1)计算锆的质量浓度:

$$\rho_0 = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.7403}{V} \dots\dots\dots (1)$$