

发布

国 家 市 场 监 督 管 理 总 局

国 家 标 准 化 管 理 委 员 会

20XX-XX-XX实施

20XX-XX-XX发布

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

（讨论稿）

GB/T 15072.1—XXXX

 代替GB/T 15071.1-2008

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

CCS H 15

 **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已经发布了以下部分：——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 硫脉析出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 金合金中钆和铍量的测定 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 15072.19-2008 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)标准名称由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 硫酸亚铁电流滴定法》变更为《贵金属合金化学分析方法 第1部分：金含量的测定》；

b)增加了标准使用安全警示；

c)增加了“规范性引用文件”（见第2章）；

d)增加了“术语和定义”（见第3章）；

e)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）；

f)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）；

g)增加了“火试金重量法”（见第5章）；

h)增加了“再现性“要求（见4.7.2）；

i)删除了“允许差”要求（见2008年版的9.2）；

j)增加了“实验报告”要求（见第6章）。

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、云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、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、云南黄金集团贵金属检测公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、江西省君鑫贵金属科技材料有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、中宝正信金银珠宝首饰检测有限公司、金川集团、南京市产品质量监督检验院。

本文件主要起草人：

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拟由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铟、锆含量的方法。

——第12部分：钒、铼、钆、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、铼、钆、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和电感耦合等离子体原子发射光谱法测定贵金属合金中铑含量的方法。

——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、锑、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、锑、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**：贵金属合金中含铂族金属元素时，采用硫酸亚铁电位滴定法为仲裁方法；合金中不含铂族金属时，采用火试金重量法为仲裁方法。

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

金、钯合金试料用盐酸与硝酸混合酸分解；铂合金、含铑、铱的金合金试料用盐酸、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滴定 Au(I)至Au(0)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（ρ=1.19 g/mL)。

4.2.2 硝酸（ρ=l.42 g/mL)。

4.2.3 硫酸（ρ=1.84 g/mL)。

4.2.4 磷酸（ρ=1.70 g/mL)。

4.2.5 过氧化氢（ρ=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 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。

4.2.10 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（4.4.6)至红色不褪，取下，冷却。加入等体积磷酸（4.4.6),混匀。转人600 mL玻璃瓶中。

4.2.11 盐酸溶液（1+9)。

4.2.12 氯化钠溶液（200 g/L)。

4.2.13 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。

4.2.14 金标准溶液：称取0.2500 g金属金（*ω*Au≥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，加人6 mL氯化钠溶液（4.2.12),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),转人250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg金。

4.2.15 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（FeSO4•7H2O)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0.6 mL氯化钠溶液（4.2.12),水浴蒸至湿盐状，取下。加5 mL硫酸与磷酸混合酸（4.2.10)，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（4.2.15）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V2。平行测定三份，其标定所消耗硫酸亚铁标准滴定溶液（4.2.15）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：

………………………………………………(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）；

4.3 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。

4.3.4 聚四氟乙烯溶样罐：容积30 mL。

4.4 样品

样品加工成碎屑，用冰醋酸浸泡10min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

|  |  |
| --- | --- |
| 金的质量分数/％ | 试料/g |
| >3.0~5.0 | 0.20 |
| >5.0~10.0 | 0.15 |
| >10.0~20.0 | 0.10 |
| >20.0~50.0 | 0.25 |
| >50.0~99.6 | 0.20 |

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  将试料置于100 mL烧杯中，加入5 mL硝酸（4.2.2），盖上表面皿，低温加热溶解2min，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 将试料（含铂、铑、铱）置于聚四氟乙烯溶样罐中，加入15 mL盐酸（4.2.1)、6 mL过氧化氢（4.2.6),于烘箱中150℃±5℃溶解12h, 取出，冷至室温。转入100 mL烧杯中。

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）（试料中金的质量分数大于20%，试液转入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移取含金约10 mg的试液于100 mL烧杯中）加入0.5 mL氯化钠溶液（4.2.12),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（4.2.13),盖上表面皿，低温煮沸2min,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（4.2.11)洗涤沉淀及烧杯各4~5次，弃去洗涤液。用20 mL热盐酸（4.2.1)、5 mL过氧化氢（4.2.6)分4次溶解沉淀，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（4.2.12),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（4.2.10),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（4.2.15）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（$ω\_{Au}$）计，按公式（2）计算：

$ω\_{Au}=\frac{C∙(V\_{5}-V\_{0})∙V\_{3}×196.966}{m\_{0}∙V\_{4}}×100\%$$ω\_{Au}\frac{c∙(V\_{5}-V\_{0})∙V\_{3}×196.966}{m\_{0}∙V\_{4}}×100$………………………………………………(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）；

196.966——金的摩尔质量，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/T8170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B。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）按以下表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 | 39.89 | 99.55 |
| r /% | 0.038 | 0.044 | 0.11 | 0.13 | 0.13 |

4.7.2 再现性

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B。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，这两个实验室测试结果的绝对差值不超过再现性（R），超过再现性（R）的情况不超过5%，再现性（R）按以下表2数据采用线性内插法或外延法求得：

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 金的质量分数/% | 3.02 | 6.05 | 9.81 | 39.89 | 99.55 |
| R /% | 0.052 | 0.082 | 0.19 | 0.20 | 0.14 |

表3 再现性

5 方法二 火试金重量法

5.1 方法原理

试料含锡、铜、镍量大于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 冰乙酸（ρ=1.05 g/mL）。

5.2.7 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

5.2.8 纯银（*ω*Ag≥99.99 %）。

5.2.9 标准金，用于标准试样（*ω*Au≥99.99 %）。

5.2.10 铅粒（*ω*Pb≥99.99 %）。

5.2.11 铅箔（*ω*Pb≥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+3）。

5.2.18 乙酸溶液（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：骨灰皿（外径40mm，内径30mm，高33mm，凹面深度17mm）。

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。

5.4 样品

 样品加工成碎屑，用冰醋酸浸泡10min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

|  |  |
| --- | --- |
| 金的质量分数/％ | 试料/g |
| >5.0~10.0 | 0.50 |
| >5.0~20.0 | 0.45 |
| >20.0~50.0 | 0.40 |
| >50.0~99.6 | 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

随同试料做两份标准金试验。

5.5.4 试料处理

5.5.4.1 试料（锡+铜+镍合量不大于20%）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），用铅箔（5.2.11）包裹成球形或直接用15 g铅箔（5.2.11）包裹成球形。

5.5.4.2 试料（锡+铜+镍合量大于20%）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℃高温炉内，关闭炉门10 min内升至930℃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℃左右预热20 min，将试料（5.5.2.1、5.5.2.2）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，稍开炉门通风，在920℃±10℃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℃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乙酸溶液（5.2.18），置于电热板上，保持近沸3 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）650℃～700℃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）650℃～700℃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℃～95℃的硝酸（5.2.17）中分金，加热30 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）放入已预热至90℃～95℃的硝酸（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℃的硝酸（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℃的硝酸（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℃的硝酸（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℃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$ω\_{Au}$数计，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：

 $F=m\_{3}-m\_{4}∙E$ …………………………（3）

 式中：

 F——纯金卷分金后增量，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0.00010g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$ω\_{Au}$计，按公式（4）计算：

 $ω\_{Au}=\frac{m\_{1}-\overbar{F}}{m\_{2}}×100\%$…………………………（4）

 式中：

$m\_{1}$——测得试料金卷质量，单位为克（g）；

$\overbar{F}$——纯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/T8170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）按以下表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X。

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）

表B 方法1精密度统计数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 水平 | 实验室 | Au的质量分数/（%），n=7 |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 1 | 3.02  | 3.01  | 3.03  | 3.03  | 3.02  | 3.03  | 3.04  |
| 2 | 3.00  | 3.00  | 2.99  | 3.00  | 2.99  | 3.01  | 3.00  |
| 3 | 3.01  | 3.01  | 3.02  | 3.01  | 3.02  | 3.02  | 3.02  |
| 4 | 3.04  | 3.05  | 3.04  | 3.03  | 3.04  | 3.05  | 3.03  |
| 5 | 3.05  | 3.04  | 3.03  | 3.04  | 3.04  | 3.03  | 3.02  |
| 6 | 3.02  | 3.03  | 3.03  | 3.02  | 3.02  | 3.03  | 3.03  |
| 7 | 2.99  | 3.05  | 2.97  | 3.04  | 2.97  | 3.00  | 3.04  |
| 8 | 3.03  | 3.03  | 3.03  | 3.03  | 3.03  | 3.03  | 3.03  |
| 9 | 3.01  | 3.02  | 3.02  | 3.03  | 3.01  | 3.03  | 3.03  |
| 10 | 3.02  | 3.00  | 2.97  | 3.02  | 3.00  | 2.99  | 3.01  |
| 2 | 1 | 6.07  | 6.05  | 6.06  | 6.06  | 6.06  | 6.07  | 6.06  |
| 2 | 6.01  | 6.03  | 6.03  | 5.99  | 5.99  | 6.01  | 5.98  |
| 3 | 6.06  | 6.05  | 6.06  | 6.07  | 6.07  | 6.06  | 6.06  |
| 4 | 6.04  | 6.03  | 6.05  | 6.03  | 6.05  | 6.05  | 6.06  |
| 5 | 6.07  | 6.08  | 6.07  | 6.06  | 6.06  | 6.08  | 6.07  |
| 6 | 6.05  | 6.06  | 6.06  | 6.06  | 6.06  | 6.07  | 6.06  |
| 7 | 5.98  | 6.00  | 6.04  | 6.03  | 5.98  | 6.03  | 6.06  |
| 8 | 6.07  | 6.06  | 6.06  | 6.06  | 6.07  | 6.07  | 6.07  |
| 9 | 6.09  | 6.07  | 6.09  | 6.07  | 6.06  | 6.08  | 6.08  |
| 10 | 6.00  | 6.05  | 5.98  | 6.03  | 5.99  | 6.06  | 6.02  |
| 3 | 1 | 9.81  | 9.79  | 9.75  | 9.82  | 9.85  | 9.76  | 9.78  |
| 2 | 9.90  | 9.95  | 9.92  | 9.96  | 9.99  | 9.97  | 9.95  |
| 3 | 9.79  | 9.76  | 9.82  | 9.80  | 9.84  | 9.78  | 9.76  |
| 4 | 9.75  | 9.84  | 9.81  | 9.74  | 9.79  | 9.83  | 9.76  |
| 5 | 9.86  | 9.82  | 9.91  | 9.86  | 9.81  | 9.80  | 9.79  |
| 6 | 9.76  | 9.77  | 9.79  | 9.81  | 9.80  | 9.78  | 9.79  |
| 7 | 9.78  | 9.70  | 9.76  | 9.77  | 9.80  | 9.79  | 9.76  |
| 8 | 9.77  | 9.76  | 9.78  | 9.84  | 9.81  | 9.82  | 9.79  |
| 9 | 9.85  | 9.88  | 9.92  | 9.97  | 9.85  | 9.84  | 9.89  |
| 10 | 9.75  | 9.66  | 9.81  | 9.77  | 9.69  | 9.76  | 9.83  |
| 4 | 1 | 39.90  | 39.88  | 39.84  | 39.84  | 39.85  | 39.80  | 39.85  |
| 2 | 39.93  | 39.99  | 39.90  | 39.92  | 39.97  | 40.04  | 40.01  |
| 3 | 39.84  | 39.80  | 39.89  | 39.88  | 39.86  | 39.90  | 39.81  |
| 4 | 39.94  | 39.89  | 39.87  | 39.95  | 39.98  | 39.91  | 39.92  |
| 5 | 39.96  | 39.93  | 39.88  | 39.86  | 39.82  | 39.89  | 39.84  |
| 6 | 39.84  | 39.88  | 39.89  | 39.86  | 39.87  | 39.89  | 39.85  |
| 7 | 39.88  | 39.76  | 39.96  | 39.91  | 39.80  | 39.83  | 39.98  |
| 8 | 39.82  | 39.86  | 39.86  | 39.89  | 39.90  | 39.84  | 39.86  |
| 9 | 39.99  | 40.04  | 40.02  | 39.97  | 39.97  | 40.00  | 39.92  |
| 10 | 39.82  | 39.73  | 39.75  | 39.78  | 39.86  | 39.80  | 39.83  |
| 5 | 1 | 99.59  | 99.51  | 99.55  | 99.57  | 99.61  | 99.53  | 99.55  |
| 2 | 99.59  | 99.57  | 99.60  | 99.53  | 99.54  | 99.58  | 99.55  |
| 3 | 99.59  | 99.49  | 99.51  | 99.58  | 99.57  | 99.52  | 99.52  |
| 4 | 99.67  | 99.55  | 99.64  | 99.58  | 99.61  | 99.66  | 99.63  |
| 5 | 99.50  | 99.53  | 99.50  | 99.56  | 99.60  | 99.51  | 99.48  |
| 6 | 99.47  | 99.59  | 99.49  | 99.53  | 99..53 | 99.58  | 99.56  |
| 7 | 99.62  | 99.48  | 99.60  | 99.51  | 99.54  | 99.50  | 99.43  |
| 8 | 99.58  | 99.57  | 99.58  | 99.54  | 99.59  | 99.56  | 99.60  |
| 9 | 99.50  | 99.52  | 99.52  | 99.51  | 99.59  | 99.55  | 99.53  |
| 10 | 99.49  | 99.55  | 99.62  | 99.48  | 99.58  | 99.46  | 99.42  |

附录C

（资料性）

表C 方法2精密度统计数据

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 水平 | 实验室 | Au的质量分数/（%），n=7 |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 1 | 6.43  | 6.44  | 6.45  | 6.45  | 6.45  | 6.44  | 6.46  |
| 2 | 6.50  | 6.49  | 6.48  | 6.51  | 6.51  | 6.49  | 6.50  |
| 3 | 6.45  | 6.43  | 6.46  | 6.46  | 6.44  | 6.45  | 6.44  |
| 4 | 6.41  | 6.41  | 6.49  | 6.35  | 6.37  | 6.44  | 6.40  |
| 5 | 6.32  | 6.39  | 6.40  | 6.35  | 6.39  | 6.37  | 6.35  |
| 6 | 6.37  | 6.40  | 6.35  | 6.42  | 6.38  | 6.41  | 6.39  |
| 7 | 6.40  | 6.42  | 6.45  | 6.42  | 6.42  | 6.46  | 6.41  |
| 8 | 6.43  | 6.44  | 6.46  | 6.46  | 6.44  | 6.46  | 6.45  |
| 9 | 6.41  | 6.41  | 6.41  | 6.40  | 6.41  | 6.41  | 6.41  |
| 10 | 6.45  | 6.46  | 6.48  | 6.46  | 6.45  | 6.46  | 6.47  |
| 11 | 6.42  | 6.47  | 6.42  | 6.45  | 6.44  | 6.47  | 6.45  |
| 2 | 1 | 39.95  | 39.97  | 39.91  | 39.92  | 39.97  | 39.95  | 39.98  |
| 2 | 40.04  | 39.88  | 39.89  | 39.98  | 39.94  | 39.99  | 40.01  |
| 3 | 39.99  | 39.91  | 39.98  | 39.96  | 39.92  | 39.91  | 39.92  |
| 4 | 39.89  | 39.94  | 39.87  | 39.84  | 39.98  | 39.92  | 39.99  |
| 5 | 39.82  | 40.00  | 39.73  | 39.86  | 39.77  | 39.85  | 39.75  |
| 6 | 39.91  | 39.84  | 39.94  | 39.93  | 39.90  | 39.87  | 39.96  |
| 7 | 40.01  | 39.95  | 40.02  | 39.98  | 39.89  | 39.96  | 39.96  |
| 8 | 39.99  | 39.94  | 39.91  | 39.89  | 39.88  | 39.93  | 40.01  |
| 9 | 39.97  | 39.97  | 39.97  | 39.98  | 39.96  | 39.96  | 39.96  |
| 10 | 40.00  | 39.96  | 39.97  | 39.97  | 40.00  | 39.98  | 39.99  |
| 11 | 39.98  | 40.00  | 39.97  | 40.02  | 39.96  | 40.03  | 40.01  |
| 3 | 1 | 69.91  | 69.97  | 69.98  | 69.93  | 69.95  | 69.92  | 69.93  |
| 2 | 70.04  | 69.97  | 69.80  | 69.89  | 69.88  | 69.93  | 70.06  |
| 3 | 69.99  | 69.95  | 69.97  | 69.96  | 69.91  | 69.93  | 69.90  |
| 4 | 69.99  | 70.03  | 70.04  | 70.06  | 69.92  | 70.03  | 70.05  |
| 5 | 69.61  | 69.77  | 70.25  | 70.10  | 69.87  | 69.92  | 69.80  |
| 6 | 69.92  | 69.90  | 69.97  | 69.88  | 69.98  | 69.85  | 69.93  |
| 7 | 69.92  | 69.91  | 69.82  | 69.84  | 69.86  | 69.88  | 69.94  |
| 8 | 70.02  | 69.89  | 69.89  | 69.93  | 69.94  | 69.92  | 69.95  |
| 9 | 69.97  | 69.98  | 69.97  | 69.97  | 69.97  | 69.97  | 69.97  |
| 10 | 69.99  | 69.92  | 70.00  | 69.97  | 69.96  | 69.97  | 69.94  |
| 11 | 69.98  | 69.99  | 69.94  | 70.01  | 70.01  | 69.98  | 69.99  |
| 4 | 1 | 99.61  | 99.58  | 99.54  | 99.63  | 99.58  | 99.63  | 99.60  |
| 2 | 99.52  | 99.50  | 99.58  | 99.58  | 99.63  | 99.48  | 99.40  |
| 3 | 99.58  | 99.57  | 99.52  | 99.52  | 99.59  | 99.58  | 99.52  |
| 4 | 99.58  | 99.43  | 99.57  | 99.52  | 99.55  | 99.58  | 99.51  |
| 5 | 99.42  | 99.50  | 99.55  | 99.42  | 99.58  | 99.51  | 99.61  |
| 6 | 99.57  | 99.60  | 99.50  | 99.61  | 99.63  | 99.52  | 99.56  |
| 7 | 99.58  | 99.56  | 99.52  | 99.58  | 99.62  | 99.58  | 99.58  |
| 8 | 99.54  | 99.53  | 99.63  | 99.64  | 99.57  | 99.65  | 99.59  |
| 9 | 99.49  | 99.50  | 99.49  | 99.49  | 99.50  | 99.50  | 99.51  |
| 10 | 99.56  | 99.57  | 99.60  | 99.59  | 99.59  | 99.57  | 99.58  |
| 11 | 99.54  | 99.52  | 99.53  | 99.55  | 99.55  | 99.56  | 99.60  |