



中华人民共和国有色金属行业标准

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

Method for analysis of gold compounds—
Determination of gold content—
Potentiometric titration using ferrous sulfate

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由贵研铂业股份有限公司负责起草。

本标准主要起草人：朱利亚、赵辉、陈云江、朱武勋。

本标准主要验证人：黄章杰、扬光宇。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准为首次发布。

金化合物分析方法

金量的测定

硫酸亚铁电位滴定法

1 范围

本标准规定了金化合物中金含量的测定方法。

本标准适用于 $\text{KAu}(\text{CN})_2$ 、 $\text{KAu}(\text{CN})_4$ 、 KAuCl_4 、 NaAuCl_4 、 HAuCl_4 中金含量的测定。测定范围：30%~95%。

2 方法提要

$\text{KAu}(\text{CN})_2$ 、 $\text{KAu}(\text{CN})_4$ 试料用盐酸与过氧化氢微波密闭分解； KAuCl_4 、 NaAuCl_4 、 HAuCl_4 试料用少许水溶解，再加盐酸与过氧化氢。在硫酸与磷酸介质中，用硫酸亚铁标准滴定溶液滴定 $\text{Au}(\text{III})$ 至 $\text{Au}(0)$ ，电位法指示终点以测定金含量。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.4 磷酸(ρ 1.70 g/mL)。

3.5 过氧化氢(体积分数为 30%)。

3.6 高锰酸钾溶液(20 g/L)。

3.7 硫酸(4+96)。

3.8 盐酸与硝酸混合酸：3 单位体积的盐酸与 1 单位体积的硝酸相混合。用时现配。

3.9 硫酸与磷酸混合酸：量取 200 mL 硫酸(3.3)于瓷蒸发皿中，加热至冒白浓烟，边搅拌边滴加高锰酸钾溶液至红色不褪，取下，冷却。加入 200 mL 磷酸，混匀。转入 500 mL 玻璃瓶中。

3.10 氯化钠溶液(250 g/L)。

3.11 金标准溶液：称取 0.50 g 金属金(质量分数不小于 99.99%)，精确至 0.000 1 g，置于 400 mL 烧杯中，加 10 mL 盐酸与硝酸混合酸(3.8)，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 5.0 mL 氯化钠溶液(3.10)，水浴蒸至湿盐状，取下。加 4 mL 盐酸，用少量水冲洗烧杯壁，水浴蒸至湿盐状。如此反复 3 次~4 次，取下。加 200 mL 盐酸(3.1)，转入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 金。

3.12 硫酸亚铁标准滴定溶液

3.12.1 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 5 000 mL 硫酸(3.7)的玻璃瓶中，混匀，放置一周后标定。

3.12.2 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(3.10)，水浴上蒸至湿盐状，取下。加 5 mL 硫酸与磷酸混合酸(3.9)，加水至 40 mL 体积。于溶液中插入铂指示电极和饱和氯化钾甘汞参比电极，调节酸度计至电位档，于电磁搅拌下，用硫酸亚铁标准滴定溶液滴定至近终点时，再用微量滴定管滴定至电位值突跃最大为终点。