



中华人民共和国国家标准

GB/T 15249.4—2009
代替 GB/T 15249.4—1994

合质金化学分析方法 第 4 部分：铅量的测定 EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of crude gold—
Part 4: Determination of lead content—
EDTA titrimetric method

2009-05-06 发布

2009-10-01 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

前 言

GB/T 15249《合质金化学分析方法》分为如下 5 个部分：

- 第 1 部分：金量的测定 火试金重量法；
- 第 2 部分：银量的测定 火试金重量法和 EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：铜量的测定 碘量法；
- 第 4 部分：铅量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 5 部分：汞量的测定 冷原子吸收光谱法。

本部分为 GB/T 15249 的第 4 部分。

本部分代替 GB/T 15249.4—1994《合质金化学分析方法 EDTA 滴定法测定铅量》。

本部分与 GB/T 15249.4—1994 相比，主要有如下变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 增加了试样条款；
- 增加了精密度条款；
- 增加了质量保证和控制条款。

本部分由中国人民银行提出。

本部分由全国金融标准化技术委员会(SAC/TC 180)归口。

本部分由长春黄金研究院负责起草。

本部分由成都印钞公司、北京矿冶研究总院、沈阳造币厂、上海造币厂和南京造币厂参加起草。

本部分主要起草人：陈菲菲、黄蕊、刘烽、于力、陈杰、王自森、赖茂明、王德雨、张勃。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 15249.4—1994。

合质金化学分析方法

第 4 部分: 铅量的测定 EDTA 滴定法

1 范围

GB/T 15249 的本部分规定了合质金中铅量的测定方法。

本部分适用于合质金(矿金、冶炼粗金产品和回收金等)中铅量的测定。测定铅的质量分数范围: 1.00%~15.00%。

2 方法原理

试料用稀硝酸、盐酸分解,银以氯化银沉淀分离,金以亚硫酸还原成单体金分离,加入硫酸使铅成硫酸铅沉淀过滤,使其与共存元素分离。用乙酸-乙酸钠缓冲溶液溶解硫酸铅,以二甲酚橙为指示剂,在 pH5.5~6.0 的条件下,用 EDTA 标准滴定溶液滴定,由消耗的 EDTA 标准溶液体积计算铅的质量分数。

3 试剂

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。

- 3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.2 盐酸(2+98)。
- 3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.4 硝酸(1+1)。
- 3.5 硫酸(1+1)。
- 3.6 硫酸(1+24)。
- 3.7 硫酸(2+98)。
- 3.8 亚硫酸(ρ 1.03 g/mL)。
- 3.9 无水乙醇。
- 3.10 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5.5~6.0):将 375 g 无水乙酸钠溶于水,加入 50 mL 冰乙酸,用水稀释至 2.5 L。
- 3.11 二甲酚橙指示剂溶液(5 g/L):在 50 mL 溶液中滴加 1~2 滴氨水(1+1)。1 周内使用。
- 3.12 铅标准溶液:称取 2.000 0 g 金属铅($w(\text{Pb}) \geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 硝酸(3.4),盖上表面皿,置于电热板上,低温加热溶解,待完全溶解后,煮沸驱除氮的氧化物,取下,冷至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铅 2 mg。
- 3.13 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)标准滴定溶液[$c(\text{Na}_2\text{EDTA}) \approx 0.01 \text{ mol/L}$]。
 - 3.13.1 配制:称取 18 g 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)置于 400 mL 烧杯中,加水 200 mL 微热溶解,冷至室温,用水稀释至 5 L,混匀。
 - 3.13.2 标定:移取三份 20.00 mL 铅标准溶液(3.12),分别置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 硫酸(3.5),低温加热至冒三氧化硫烟,取下冷却,用水洗杯壁,再低温加热至浓烟消失,取下冷却。以下按分析步骤 5.3.4~5.3.6 进行。

按式(1)计算 Na_2EDTA 标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \times 1\,000}{(V_2 - V_0) \times 207.2} \dots\dots\dots (1)$$