

UDC 669.21/.23 : 543.062
H 15



中华人民共和国国家标准

GB/T 15249.4—94

合质金化学分析方法 EDTA 滴定法测定铅量

Crude Gold—Determination of lead content
—EDTA titrimetric method

1994-10-07 发布

1995-08-01 实施

国家技术监督局发布

中华人民共和国国家标准

合质金化学分析方法 EDTA滴定法测定铅量

GB/T 15249.4—94

Crude Gold—Determination of lead content
—EDTA titrimetric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了合质金中铅含量的测定方法。

本标准适用于合质金(矿金、冶炼粗金产品和回收金等)中铅含量的测定。测定范围:1%~15%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

称取一定重量的被测试的合质金试料,用稀硝酸、盐酸分解。银以氯化银沉淀分离,金以亚硫酸还原金离子成单体金分离,然后使铅成硫酸铅沉淀过滤,使其与共存元素分离。加乙酸-乙酸钠缓冲溶液溶解硫酸铅,以二甲酚橙为指示剂,于 pH5.5~6.0 用 EDTA 标准溶液滴定,由消耗的 EDTA 标准溶液体积计算铅量。

4 试剂

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.2 盐酸(2+98)。

4.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.4 硫酸(1+1)。

4.5 硫酸(1+24)。

4.6 硫酸(2+98)。

4.7 亚硫酸(ρ 1.03 g/mL)。

4.8 乙醇。

4.9 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH5.5~5.6):将 375 g 无水乙酸钠溶于水中,加入 50 mL 冰乙酸,用水稀释至 2.5 L。

4.10 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)。一周内使用。

4.11 铅标准溶液:称取 2.000 0 g 金属铅(99.99%)于 250 mL 烧杯中,加 40 mL 硝酸(1+1),盖上表面皿,待激烈反应停止后,低温加热至溶解完全,煮沸驱除氮的氧化物,取下,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液含铅 2 mg/mL。

4.12 EDTA(乙二胺四乙酸二钠)标准滴定溶液 [c (EDTA)≈0.01 mol/L]。