

团 体 标 准

T/CGA XX—202X

金合金化学分析方法 金含量的测定 氢醌电位滴定法

Method for chemical analysis of gold alloys—Determination of
gold content—Potentiometric titration using hydroquinone

(征求意见稿)

2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

中 国 黄 金 协 会 发 布

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。

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。

本文件由中国黄金协会提出。

本文件由全国黄金标准化技术委员会（SAC/TC 379）归口。

本文件起草单位：长春黄金研究院有限公司。

本文件主要起草人：

全国黄金标准化技术委员会归口

金合金化学分析方法 金含量的测定 氢醌电位滴定法

1 范围

本文件规定了金合金中金含量的测定方法。

本文件适用于金合金中金含量的测定。测定范围（质量分数）：30.00%~99.50%。

2 规范性引用文件

本文件没有规范性引用文件。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料经混合酸溶解，在磷酸与磷酸氢二钾介质中，氢醌标准滴定溶液滴定 Au(III) 至 Au(0)，在滴定过程中根据电位变化确定滴定终点，计算待测溶液中的金含量。

5 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。

5.1 盐酸： $\rho=1.19\text{ g/mL}$ 。

5.2 硝酸： $\rho=1.42\text{ g/mL}$ 。

5.3 磷酸： $\rho=1.70\text{ g/mL}$ 。

5.4 混合酸：三体积盐酸（5.2）和一体积硝酸（5.1）混合，现用现配。

5.5 磷酸氢二钾。

5.6 氢醌，又名对苯二酚。

5.7 氢氧化钾溶液： $\rho=50\text{ g/L}$ 。

5.8 氯化钾溶液： $\rho=250\text{ g/L}$ 。

5.9 磷酸-磷酸氢二钾缓冲溶液：称取 100 g 磷酸氢二钾（5.5）溶于 900 mL 水中，加入 25 mL 磷酸（5.3），用水稀释至 1 000 mL，加入磷酸（5.3）或氢氧化钾溶液（5.7）调节 pH 为 2.5。

5.10 氢醌标准贮存溶液： $c(\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2)=0.27\text{ mol/L}$ 。称取 29.7 g 氢醌（5.6），溶于 500 mL 水中，加入 8 mL 盐酸（5.1），定容至 1 000 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.11 氢醌标准滴定溶液： $c(\text{C}_6\text{H}_6\text{O}_2)\approx 0.07\text{ mol/L}$ 。

5.11.1 配制：分取 250 mL 氢醌标准贮存溶液（5.10）至 1 000 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.11.2 标定：

称取 0.300 g (精确至 0.000 01 g) 标准金 (5.12), 置于 250 mL 烧杯中, 加入 15 mL 混合酸 (5.4), 将试料彻底溶解后, 加入 4 mL 氯化钾溶液 (5.8), 水浴上蒸至湿盐状, 取下。加入 5 mL 盐酸 (5.1), 用水洗涤烧杯壁, 置于水浴蒸至湿盐状, 重复此操作 1 次~2 次。用水洗涤烧杯壁, 用少量水将盐类溶解, 加入氢氧化钾溶液 (5.7) 或磷酸 (5.3) 调节 pH 至 2.5, 用酸度计 (6.3) 测量, 加入 50 mL 磷酸-磷酸氢二钾缓冲溶液 (5.9), 用氢醌标准滴定溶液 (5.11.1) 滴定至电位值突跃最大为终点。随同标定作空白试验。

按式 (1) 计算氢醌标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{3m_1}{2M \cdot (V_1 - V_0)} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——氢醌标准滴定溶液的实际浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

m_1 ——标准金的质量, 单位为克 (g);

M ——金的摩尔质量, 单位为克每摩尔 (g/mol), ($M=196.97$);

V_1 ——标定时, 滴定金标准溶液所消耗的氢醌标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_0 ——标定时, 滴定空白溶液所消耗的氢醌标准滴定溶液的体积, 单位为毫升 (mL)。

平行标定三份, 测定值保留四位有效数字, 其极差不大于 9×10^{-5} mol/L, 取其平均值, 否则重新标定。

5.12 标准金: 金含量 $w \geq 99.99\%$ 。

6 仪器设备

6.1 分析天平: 分度值为 0.01 mg。

6.2 电热板。

6.3 电位滴定仪: 连接有铂电极和饱和氯化钾甘汞电极或使用铂复合电极。

6.4 酸度计。

7 试样

金合金样品轧成厚度约 0.3 mm 薄片, 用乙醇除去油污, 剪成碎屑, 干燥后混匀。

8 试验步骤

8.1 试料

按表 1 称取试样, 精确至 0.01 mg。

表 1 试料量

金的质量分数/%	试料质量/g
30.00~50.00	0.50
>50.00~75.00	0.40
>75.00~99.50	0.30

8.2 测定次数

独立地平行测定两份, 结果取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料置于 250 mL 烧杯中，加入 15 mL 混合酸（5.4），待试料溶解后，加入 4 mL 氯化钾溶液（5.8），将烧杯置于水浴上蒸至湿盐状，取下。

注：若试料中有不溶物，可采用微波消解法和压力罐消解法消解样品。

8.4.2 加入 5 mL 盐酸（5.1），用水洗涤烧杯壁，置于水浴蒸至湿盐状，重复此操作 1 次~2 次。用水洗涤烧杯壁，用少量水将盐类溶解。

8.4.3 加入氢氧化钾溶液（5.7）或磷酸（5.3）调节 pH 至 2.5，用酸度计（6.3）测量，加入 50 mL 磷酸-磷酸氢二钾缓冲溶液（5.9）。

8.4.4 用氢醌标准滴定溶液（5.11.1）滴定至电位值突跃最大为终点。

9 结果的计算与表达

按式（2）计算金的质量分数 w_{Au} ，数值以%表示：

$$w_{Au} = \frac{2c \cdot (V_2 - V_3) \cdot M}{3m_0 \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w_{Au} ——试样中金的含量，用百分数表示（%）；

c ——氢醌标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_2 ——滴定试料所消耗的氢醌标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_3 ——滴定空白所消耗的氢醌标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

M ——金的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol），（ $M=196.97$ ）；

m_0 ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 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 ）按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2 重复性限

$w_{Au}/\%$	29.98	49.99	75.01	90.01	99.50
$r/\%$	0.20	0.16	0.14	0.13	0.11

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 3 给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）的情况不超过 5%，再现性限（ R ）按表 3

数据采用线性内插法求得。

表 3 再限性限

$w_{Au}/\%$	29.98	49.99	75.01	90.01	99.50
$R/\%$	0.24	0.20	0.17	0.15	0.13

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 使用的文件T/CGA XX—202X；
- 试验结果及其表示；
- 与基本试验步骤的差异；
- 试验中观察到的异常现象；
- 试验日期。