



# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.9—2006

代替 YS/T 372.10~372.13—1994、YS/T 373.7—1994、YS/T 374.5—1994、YS/T 375.6—1994

---

## 贵金属合金元素分析方法 镍量的测定 EDTA 络合滴定法

Methods for elementary analysis of precious alloy—  
Determination of nickel content—  
EDTA complexometric titration

2006-05-25 发布

2006-12-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

YS/T 372《贵金属合金元素分析方法》是对 YS/T 372—1994、YS/T 373—1994、YS/T 374—1994 和 YS/T 375—1994 的整合修订,分为 22 个部分:

- 第 1 部分:银量的测定 碘化钾电位滴定法;
- 第 2 部分:铂量的测定 高锰酸钾电流滴定法;
- 第 3 部分:钯量的测定 丁二肟析出 EDTA 络合滴定法;
- 第 4 部分:铜量的测定 硫脲析出 EDTA 络合滴定法;
- 第 5 部分:PtCu 合金中铜量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 6 部分:铜、锰量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:钴量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 8 部分:PtCo 合金中钴量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 9 部分:镍量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 10 部分: AuNi 及 PdNi 合金中镍量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 11 部分:镁量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 12 部分:锌量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 13 部分:锡量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 14 部分:锰量的测定 高锰酸钾电位滴定法;
- 第 15 部分:铈量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 16 部分:镓量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 17 部分:钨量和铼量的测定 钨酸重量法和硫脲分光光度法;
- 第 18 部分:钌量的测定 偶氮氯膦Ⅲ分光光度法;
- 第 19 部分:钇量的测定 偶氮氯膦Ⅲ分光光度法;
- 第 20 部分:镉量的测定 碘化钾析出 EDTA 络合滴定法;
- 第 21 部分:锆量的测定 EDTA 络合滴定法;
- 第 22 部分:铟量的测定 EDTA 络合滴定法。

本部分为第 9 部分。

本部分是对 YS/T 372.10—1994、YS/T 372.11—1994、YS/T 372.12—1994、YS/T 372.13—1994、YS/T 373.7—1994、YS/T 374.5—1994、YS/T 375.6—1994 中镍量测定方法的整合修订。

本部分与 YS/T 372.10—1994、YS/T 372.11—1994、YS/T 372.12—1994、YS/T 372.13—1994、YS/T 373.7—1994、YS/T 374.5—1994、YS/T 375.6—1994 相比,主要有如下变动:

- 将上述 7 个标准进行归纳整理合并为一个标准分析方法,适当扩展了 YS/T 372.10—1994、YS/T 372.13—1994 和 YS/T 373.7—1994 的测定范围;
- 含铜合金采用硫脲、抗坏血酸、及 1,10-二氮杂菲掩蔽铜返滴定测定镍量;
- 对金镍铜、金银铜镍合金沉淀分离金所需亚硫酸的用量按照 GB/T 15072.8—1994(表 2)进行了修改;
- 对金银铜镍合金中的氯化银沉淀不再过滤分离。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由贵研铂业股份有限公司负责起草。

本部分主要起草人:段颖。

YS/T 372.9—2006

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YB 946(Au-10)-78、YB 946(Au-11)-78、YB 946(Au-12)-78、YB 946(Au-13)-78、YB 946(Ag-7)-78、YB 946(Pt-5)-78、YB 946(Pd-6)-78
- YS/T 372.10—1994、YS/T 372.11—1994、YS/T 372.12—1994、YS/T 372.13—1994、YS/T 373.7—1994、YS/T 374.5—1994、YS/T 375.6—1994

# 贵金属合金元素分析方法

## 镍量的测定

### EDTA 络合滴定法

#### 1 范围

本标准规定了铂、钯、金、银合金中镍含量的测定方法。

本标准适用于 PtNi、PdNiCu、AuNiCu、AuAgCuNi、AuNiGd、AuNiY、AgCuNi 合金中镍含量的测定。

测定范围:4%~20%。

#### 2 方法提要

铂镍合金和金合金用盐酸与硝酸的混合酸溶解,钯镍铜合金和银铜镍合金用硝酸溶解;含金的合金用亚硫酸还原分离金,在 pH5.5~pH6,加硫脲、抗坏血酸、1,10-二氮杂菲掩蔽钯、铜,加过量 EDTA 与镍络合,含钯、钷的合金加过量 EDTA 络合镍、钷、钯,在 pH5.8,以氟化铵掩蔽钷、钯,析出与其络合的 EDTA,以六次甲基四胺作缓冲剂,二甲酚橙作指示剂,用硝酸锌标准滴定溶液返滴定以测定镍量;铂镍合金在 pH5.5~pH6,加过量 EDTA 溶液与镍络合,以乙酸钠作缓冲剂,二甲酚橙作指示剂,用乙酸锌标准滴定溶液返滴定以测定镍量。

#### 3 试剂

- 3.1 乙酸钠( $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ )。
- 3.2 冰乙酸。
- 3.3 盐酸( $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ )。
- 3.4 硝酸( $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ )。
- 3.5 亚硫酸( $\rho 1.03 \text{ g/mL}$ )。
- 3.6 混合酸:3 单位体积的盐酸(3.3)与 1 单位体积的硝酸(3.4)混合。用时现配。
- 3.7 混合酸:5 单位体积的盐酸(3.3)与 1 单位体积的硝酸(3.4)混合。用时现配。
- 3.8 硝酸溶液(1+1)。
- 3.9 盐酸溶液(1+1)。
- 3.10 盐酸溶液(1+99)。
- 3.11 氨水溶液(1+1)。
- 3.12 氯化钠溶液(100 g/L)。
- 3.13 氢氧化钠溶液(100 g/L)。
- 3.14 氟化铵溶液(100 g/L,盛于塑料瓶内)。
- 3.15 硫脲溶液(100 g/L)。
- 3.16 抗坏血酸溶液(50 g/L)。
- 3.17 1,10-二氮杂菲乙醇溶液(2 g/L)。
- 3.18 六次甲基四胺溶液(400 g/L)。
- 3.19 乙二胺四乙酸二钠 $[\text{Na}_2\text{EDTA} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (简写作 EDTA)]溶液(0.01 mol/L)。
- 3.20 乙二胺四乙酸二钠溶液(0.013 mol/L)。