

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.10—2006
代替 YS/T 372.3—1994、YS/T 375.2—1994

贵金属合金元素分析方法 AuNi 及 PdNi 合金中镍量的测定 EDTA 络合滴定法

Methods for elementary analysis of precious alloy—
Determination of nickel content in AuNi and PdNi alloy—
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:锑量的测定 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:钪量的测定 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 10 部分。

本部分是对 YS/T 372.3—1994、YS/T 375.2—1994 中 AuNi 和 PdNi 合金中镍量测定方法的整合修订。

本部分与 YS/T 372.3—1994、YS/T 375.2—1994 相比,主要有如下变动:

- 将上述二个标准进行归纳整理合并为一个标准分析方法;
- 溶液配制和浓度采用新的表示方法。

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。

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-3)—1978、YB 946(Pd-2)—1978;
- YS/T 372.3—1994、YS/T 375.2—1994。

贵金属合金元素分析方法

AuNi 及 PdNi 合金中镍量的测定

EDTA 络合滴定法

1 范围

本标准规定了金镍合金及钯镍合金中镍含量的测定方法。

本标准适用于 AuNi 合金及 PdNi 合金中镍含量的测定。测定范围: AuNi 合金中 Ni 5%~50%; PdNi 合金中 Ni 15%~25%。

2 方法提要

试料用盐酸与硝酸的混合酸溶解,金镍合金用亚硫酸还原分离金,钯镍合金加氨水掩蔽钯,在氨性介质中,以紫脲酸铵作指示剂,用 EDTA 溶液直接滴定以测定镍量。

3 试剂

3.1 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.2 亚硫酸(ρ 1.03 g/mL)。

3.3 盐酸溶液(1+1)。

3.4 硝酸溶液(1+1)。

3.5 氢氧化钠溶液(100 g/L)。

3.6 紫脲酸铵:称取 0.1 g 紫脲酸铵,加 5g 氯化钠于研钵内研细并混合均匀。

3.7 镍标准溶液:称取 1.00 克金属镍(质量分数不小于 99.99%),精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯内,加 10 mL 盐酸溶液,盖上表面皿,加热至完全溶解,取下,冷却,用水冲洗表面皿及烧杯壁。用水转入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2.00 mg 镍。

3.8 标准滴定溶液

3.8.1 配制:

3.8.1.1 EDTA 标准滴定溶液(0.01 mol/L):称取 3.72 g 乙二胺四乙酸二钠[Na₂EDTA·2H₂O(简写作 EDTA)]溶于水中,用氢氧化钠溶液调节至 pH5~pH6,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。标定时,移取 5.00 mL 镍标准溶液。

3.8.1.2 EDTA 标准滴定溶液(0.02 mol/L):称取 7.44 g 乙二胺四乙酸二钠,按(3.8.1.1)配制,标定时,移取 10.00 mL 镍标准溶液。

3.8.1.3 EDTA 标准滴定溶液(0.04 mol/L):称取 14.9 g 乙二胺四乙酸二钠,按(3.8.1.1)配制,标定时,移取 20.00 mL 镍标准溶液。

3.8.2 标定:标定与试料的滴定平行进行。

根据所用 EDTA 的浓度移取相应体积的镍标准溶液,置于 250 mL 烧杯中,加 80 mL 水,以下按(5.3.3)条进行。

平行标定 3 份,所消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积的极差值不应超过 0.05 mL,取其平均值。

随同标定做空白试验。

按式(1)计算 EDTA 标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \times 10^{-3}}{58.69 \times (V_2 - V_0)} \dots\dots\dots(1)$$