



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.13—2006
代替 YS/T 373.11—1994

贵金属合金元素分析方法 锡量的测定 EDTA 络合滴定法

Methods for elementary analysis of precious alloy—
Determination of tin 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: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:钆量的测定 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 13 部分。

本部分是对 YS/T 373. 11—1994《银铜锡合金化学分析方法》中锡量测定方法的修订。

本部分与 YS/T 373. 11—1994 相比,除主要编辑性修改外,主要有如下变动:

——溶液的配制和浓度的表示按新的表示方法。

本部分自实施之日起,同时代替 YS/T 373. 11—1994。

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(Ag-11)—78、YS/T 373. 11—1994。

贵金属合金元素分析方法

锡量的测定

EDTA 络合滴定法

1 范围

本标准规定了银铜锡合金中锡含量的测定方法。

本标准适用于 AgCuSn 合金中锡含量的测定。测定范围:15%~25%。

2 方法提要

试料用硫酸与硝酸的混合酸溶解,在酸性介质中,加过量的 EDTA 溶液与铜、锡络合,在 pH5.5~pH6,以六次甲基四胺作缓冲剂,二甲酚橙作指示剂,加氟化钠析出与锡络合的 EDTA,用铅标准滴定溶液滴定以测定锡量。

3 试剂

3.1 氟化钠。

3.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 硫酸溶液(1+1)。

3.5 氨水溶液(1+1)。

3.6 六次甲基四胺溶液(400 g/L)。

3.7 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(0.025 mol/L)。

3.8 二甲酚橙溶液(2 g/L)。

3.9 锡标准溶液:称取 0.500 g 金属锡(质量分数不小于 99.99%),精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 硫酸(3.2)、10 mL 硝酸,盖上表面皿,加热至溶解完全,蒸发至冒白烟,取下,冷至室温。用水冲洗表面皿及烧杯壁,用水转入 1 000 mL 容量瓶中,用 30 mL 硫酸溶液(3.4)分多次洗涤烧杯,洗涤液并入容量瓶中,加 350 mL 硫酸溶液(3.4)、400 mL 水,混匀,冷至室温,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.50 mg 锡。

3.10 铅标准滴定溶液

3.10.1 配制:称取 5.18 g 金属铅,置于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 硝酸,盖上表面皿,加热至溶解完全,蒸发至 3 mL~5 mL,取下,冷却,用水冲洗表面皿及烧杯壁,用水转入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.10.2 标定:标定与试料的滴定平行进行。

移取锡标准溶液见表 1,置于 250 mL 烧杯中,加 25.00 mL EDTA 溶液,以下按(5.3.2)条进行。

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

表 1

锡质量分数/%	移取锡标准溶液体积/mL
15~18	15.00
>18~22	20.00
>22~25	25.00