

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.5—2006
代替 YS/T 374.4—1994

贵金属合金元素分析方法 PtCu 合金中铜量的测定 EDTA 络合滴定法

Methods for elementary analysis of precious alloy—
Determination of copper content in PtCu 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:钯量的测定 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 5 部分。

本部分是对 YS/T 374.4—1994 的修订。

本部分与 YS/T 374.4—1994 相比,主要进行了编辑性修改,还有如下变动:

——试剂采用新的计量表示方法。

本部分自实施之日起,同时代替 YS/T 374.4—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。

本部分主要编写人:金娅秋。

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(Pt-4)—1978、YS/T 374.4—1994。

贵金属合金元素分析方法

PtCu 合金中铜量的测定

EDTA 络合滴定法

1 范围

本标准规定了铂铜合金中铜含量的测定方法。

本标准适用于 PtCu 合金中铜含量的测定。测定范围:2%~10%。

2 方法提要

试料用盐酸与硝酸的混合酸溶解。在 pH5.5~pH6 盐酸介质中,加入过量的 EDTA 溶液与铜络合,以二甲酚橙为指示剂,用锌标准滴定溶液返滴定,测定铜量。

3 试剂

3.1 乙酸钠($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)。

3.2 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.3 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.4 冰乙酸($\rho 1.05 \text{ g/mL}$)。

3.5 混合酸:3 单位体积的盐酸(3.2)与 1 单位体积的硝酸(3.3)相混合,用时现配。

3.6 盐酸溶液(1+1)。

3.7 硝酸溶液(1+1)。

3.8 氢氧化钠溶液(100 g/L)。

3.9 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)。

3.10 二甲酚橙溶液(2 g/L)。

3.11 铜标准溶液:称取 1.00 g 金属铜(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 硝酸溶液(3.7),盖上表面皿,加热至完全溶解。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。此溶液 1 mL 中含 1 mg 铜。

3.12 锌标准滴定溶液

3.12.1 配制:称取 2.2 g 乙酸锌[$(\text{CH}_3\text{COO})_2\text{Zn} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$],置于 150 mL 烧杯中,加 0.5 mL 冰乙酸、10 mL 水,加热溶解。冷却后过滤于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.12.2 标定:标定与试料的滴定平行进行。

3.12.2.1 滴定 EDTA 溶液按(5.3.2)条进行。

3.12.2.2 移取 10.00 mL 铜标准溶液,置于 250 mL 烧杯中。加水稀释至约 100 mL,加入 2 g 乙酸钠、20.00 mL EDTA 溶液,滴加 8 滴二甲酚橙溶液,滴加氢氧化钠溶液至溶液刚变成红色,再滴加盐酸溶液(3.6)至溶液刚变成黄色。立即用锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄绿色变成紫红色为终点。

平行标定 3 份,所消耗的锌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)计算锌标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \times V_1 \times 10^{-3}}{63.546 \times (V_0 - V_2)} \dots\dots\dots(1)$$