



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.21—2006
代替 YS/T 372.7—1994

贵金属合金元素分析方法 锆量的测定 EDTA 络合滴定法

Methods for elementary analysis of precious alloy—
Determination of zirconium 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:钽量的测定 偶氮氯膦Ⅲ分光光度法;
- 第 19 部分:钷量的测定 偶氮氯膦Ⅲ分光光度法;
- 第 20 部分:锆量的测定 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 21 部分。

本部分是对 YS/T 372.7—1994 中锆量测定方法的整合修订。

本部分与原标准相比主要变动如下:

- 对试料溶解方法进行了修订。
- 对还原金的方法进行了修订。
- 对锆含量的测定范围进行了修改。
- 对测定锆的方法的适用范围进行了修改。

本部分自实施之日起,同时代替 YS/T 372.7—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:朱利亚、赵泽松。

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-7)—78、YS/T 372.7—1994

贵金属合金元素分析方法

锆量的测定

EDTA 络合滴定法

1 范围

本标准规定了金合金中锆含量的测定方法。

本标准适用于 AuZr、AuAgZr 合金中锆含量的测定。测定范围:3%~20%。

2 方法提要

试料用盐酸、过氧化氢微波加热溶解。亚硫酸还原分离金。在 1 mol/L 盐酸介质中,以二甲酚橙作指示剂,用 EDTA 直接滴定以测定锆量。

3 试剂

3.1 过氧化氢(30%)。

3.2 亚硫酸(ρ 1.03 g/mL)。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.4 盐酸溶液(1 mol/L)。

3.5 盐酸溶液(5+95)。

3.6 苦杏仁酸溶液(150 g/L)。

3.7 苦杏仁酸盐酸溶液[20 g/L,盐酸浓度(1+98)]。

3.8 氯化钠溶液(250 g/L)。

3.9 二甲酚橙溶液(1 g/L)。

3.10 锆标准溶液:

3.10.1 配制:称取 1.766 31g 氯氧化锆($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$),置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 盐酸溶液(3.4)溶解。转入 500 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(3.4)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锆。

3.10.2 标定:移取 50.00 mL 锆标准溶液,置于 400 mL 烧杯中。加 40 mL 盐酸溶液(3.4)、100 mL 水,加热至近沸,在搅拌下加入 50 mL 苦杏仁酸溶液(3.6),充分搅拌至沉淀析出,于 80℃~90℃保温 0.5 h。静置 4 h 以上。慢速滤纸过滤。用热苦杏仁酸盐酸溶液(3.7)洗 7 次~8 次。沉淀连同滤纸放入已恒重的瓷坩锅中,炭化后移入高温炉中,于 1 000℃±10℃灼烧 1 h。取出坩锅,稍冷,放入干燥器中,冷至室温后称量,直至恒重。

平行标定 3 份,锆极差值应不大于 1.0 mg,取其平均值。

按式(1)计算锆标准溶液的实际浓度:

$$c = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.7403 \times 10^3}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——锆标准溶液的实际浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m_2 ——坩锅与二氧化锆的总质量,单位为克(g);

m_1 ——坩锅质量,单位为克(g);

V_1 ——标定时,移取锆标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.7403——二氧化锆换算成锆的系数。