



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.14—2006
代替 YS/T 373.5—1994

贵金属合金元素分析方法 锰量的测定 高锰酸钾电位滴定法

Methods for elementary analysis of precious alloy—
Determination of manganese content—
Potentiometer titration using potassium permanganate

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 14 部分。

本部分是对 YS/T 373.5—1994 中锰量测定方法的修订。

本部分与原标准相比,主要变动如下:

——对银合金中锰含量的测定方法进行了修订。原标准为络合滴定法,修订后的标准为高锰酸钾电位滴定法。

——对锰含量的测定范围进行了修订。

本部分自实施之日起,同时代替 YS/T 373.5—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: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(Ag-5)—78

——YS/T 373.5—1994

贵金属合金元素分析方法

锰量的测定

高锰酸钾电位滴定法

1 范围

本标准规定了银合金中锰含量的测定方法。

本标准适用于银合金中锰含量的测定。测定范围:5%~30%。

2 方法提要

试样用硝酸溶解。在焦磷酸钠饱和溶液中,用铂电极为指示电极,银电极为参比电极,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定锰(Ⅱ)到锰(Ⅲ),电位法指示终点。

3 试剂

- 3.1 硝酸溶液(1+1)。
 - 3.2 硫酸溶液(1+1)。
 - 3.3 氨水溶液(1+1)。
 - 3.4 焦磷酸钠饱和溶液:称取 300 g 焦磷酸钠于 1 000 mL 烧杯中,加 900 mL 水,搅拌 10 min 后使用。
 - 3.5 锰标准溶液:称取 0.50 g 金属锰(质量分数不小于 99.99%),精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 盐酸溶液,盖上表面皿,待剧烈反应后加热至沸,取下,冷却至室温,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 1 mg 锰。

3.6 高锰酸钾标准滴定溶液

3.6.1 配制

- 3.6.1.1 高锰酸钾标准滴定溶液(0.012 5 mol/L):称取0.987 1 g高锰酸钾,溶于约1.8 L水中,煮沸1 h,静置过夜。用3号玻璃砂漏斗过滤,以水稀释至2 L,混匀,贮于容量瓶中,于暗处保存。

3.6.1.2 高锰酸钾标准滴定溶液(0.025 0 mol/L):称取1.975 6 g高锰酸钾,溶于约1.8 L水中,煮沸1 h,静置过夜。用3号玻璃砂漏斗过滤,以水稀释至2 L,混匀,贮于容量瓶中,于暗处保存。

3.6.2 标定:标定与试料的滴定平行进行。

移取锰标准溶液3份,分别置于150mL烧杯中,加入50mL焦磷酸钠饱和溶液,插入铂指示电极,银参比电极,开动磁力搅拌器,用高锰酸钾标准滴定溶液(溶液中Mn≤15mg时用3.6.1.1;溶液中Mn>15mg时用3.6.1.2)滴定至电位值突跃最大为终点。

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

按式(1)计算高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度:

武中。

c ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

c_0 ——锰标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——移取锰标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时,所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

54.938——锰的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。