



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.3—2006

代替 YS/T 372.1—1994、YS/T 373.2—1994、YS/T 374.1—1994

贵金属合金元素分析方法 钯量的测定 丁二肟析出 EDTA 络合滴定法

Methods for elementary analysis of precious alloy—
Determination of palladium content—
Complexometric titration using butanedione dioxime releasing EDTA

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:铈量的测定 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 3 部分。

本部分是对 YS/T 372.1—1994、YS/T 373.2—1994、YS/T 374.1—1994 中钯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:

- 对金、银、铂、钯合金中钯含量的测定方法进行了修订;
- 对钯含量的测定范围进行了修订;
- 对测定钯的方法的适用范围进行了修订。

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。

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-1)-78、YB 946(Ag-2)-78、YB 946(Pt-1)-78;
- YS/T 372.1—1994、YS/T 373.2—1994、YS/T 374.1—1994。

贵金属合金元素分析方法

钯量的测定

丁二肟析出 EDTA 络合滴定法

1 范围

本标准规定了金、银、铂、钯合金中钯含量的测定方法。

本标准适用于 AuPdNiCrYTl、PdAgCo、AuPd、AgPd、PtPd 合金中钯含量的测定。测定范围:5%~95%。

2 方法提要

银合金和钯合金试料用硝酸溶解;金合金、铂合金试料用盐酸与硝酸的混合酸溶解。金用磷酸三丁酯-三氯甲烷萃取分离。加过量 EDTA 络合钯及其他金属离子。

于 pH 约 5.8 乙酸-乙酸钠缓冲溶液中,用二甲酚橙作指示剂,锌标准滴定溶液滴定过量 EDTA。用丁二肟析出与钯络合的 EDTA,三氯甲烷萃取丁二肟,锌标准滴定溶液滴定析出的 EDTA 以测定钯量。

3 试剂

3.1 三氯甲烷。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硝酸(ρ 1.4 g/mL)。

3.4 盐酸溶液(1+2)。

3.5 硝酸溶液[(1+1)除氮氧化物]。

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

3.7 乙二胺四乙酸二钠[Na₂EDTA·2H₂O(简写作 EDTA)]溶液(0.03 mol/L)。

3.8 磷酸三丁酯-三氯甲烷混合溶液:1 体积磷酸三丁酯与 2 体积三氯甲烷混合。

3.9 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 约 5.8):100 g 无水乙酸钠,加 10 mL 冰乙酸,加水至总体积为 500 mL。

3.10 二甲基乙二醛肟(丁二肟)乙醇溶液(10 g/L)。

3.11 氢氧化钠溶液(200 g/L)。

3.12 氯化钠溶液(250 g/L)。

3.13 二甲酚橙溶液(2 g/L)。

3.14 钯标准溶液:称取 0.50 g 金属钯片(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 混合酸,盖上表面皿,低温溶解完全。加 2 mL 氯化钠溶液,低温蒸至湿盐状。加 5 mL 盐酸(3.2),用少量水冲洗,低温蒸至湿盐状。如此反复 2 次~3 次。加 250 mL 盐酸(3.2),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 钯。

3.15 锌标准滴定溶液

3.15.1 配制:称取 1.31 g 金属锌(质量分数不小于 99.99%)于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸溶液(3.5),盖上表面皿,低温加热至完全溶解,用水冲洗表面皿及烧杯壁。用水转入 2 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.15.2 标定:标定与试料的滴定平行进行。