



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.16—2006
代替 YS/T 372.5—1994

贵金属合金元素分析方法 镓量的测定 EDTA 络合滴定法

Methods for elementary analysis of precious alloy—
Determination of gallium 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: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: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: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 16 部分。

本部分是对 YS/T 372.5—1994 中镓量测定方法的修订。

本部分与 YS/T 372.5—1994 相比,主要有如下变动:

- 原标准中试液用亚硫酸还原后,金留于烧杯中,本部分改为还原金后过滤分离;
- 对溶液的配制、浓度等采用新的表示方法。

本部分自实施之日起,同时代替 YS/T 372.5—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。

本部分主要编写人:罗一江。

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-5)—78、YS/T 372.5—1994。

贵金属合金元素分析方法

镓量的测定

EDTA 络合滴定法

1 范围

本标准规定了金镓合金中镓含量的测定方法。

本标准适用于 AuGa 合金中镓含量的测定。测定范围:3%~5%。

2 方法提要

试料用盐酸与硝酸的混合酸溶解。用亚硫酸还原分离金。加过量的 EDTA 溶液络合镓,在 Ph5.8 的六次甲基四胺缓冲溶液中,以二甲酚橙作指示剂,用锌标准滴定溶液返滴定以测定镓量。

3 试剂

3.1 六次甲基四胺。

3.2 亚硫酸(ρ 1.03 g/mL)。

3.3 盐酸溶液(1+1)。

3.4 盐酸溶液(1+99)。

3.5 硝酸溶液(1+1)。

3.6 氨水溶液(1+1)。

3.7 氢氧化钠溶液(150 g/L)。

3.8 氯化钠溶液(100 g/L)。

3.9 乙二胺四乙酸二钠[Na₂EDTA·2H₂O(简写作 EDTA)]溶液(0.01 mol/L)。

3.10 二甲酚橙溶液(2 g/L)。

3.11 镓标准溶液:称取 0.125 0 g 金属镓(质量分数不小于 99.99%)于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸溶液(3.3),盖上表面皿,放置数小时,待镓完全溶解后,用水冲洗表面皿及烧杯壁,转入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.50 mg 镓。

3.12 锌标准滴定溶液(0.01 mol/L)

3.12.1 配制:称取 0.65 g 金属锌(质量分数不小于 99.99%)于 1 000 mL 容量瓶中,加 10 mL 盐酸溶液(3.3),待锌溶解完全后,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。

移取 10.00 mL 镓标准溶液 3 份,分别置于 250 mL 烧杯中,加入 20.00 mL EDTA 溶液、2 g 六次甲基四胺、5 滴二甲酚橙溶液,滴加氨水溶液至溶液刚变为紫色,再加 1~2 滴盐酸溶液(3.4),至溶液恢复黄色。用锌标准滴定溶液滴定至出现微红色为终点。

平行标定 3 份,所消耗的锌标准滴定溶液的极差值不应超过 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:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \times 10^{-3}}{69.723 \times (V_0 - V_2)} \dots\dots\dots(1)$$