



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.1—2006

代替 YS/T 372.2—1994, YS/T 372.13~372.14—1994, YS/T 374.2—1994, YS/T 375.4~375.5—1994

贵金属合金元素分析方法 银量的测定 碘化钾电位滴定法

Methods for elementary analysis of precious alloy—
Determination of silver content—
Potentiometer titration with potassium iodide

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 1 部分。

本部分是对 YS/T 372.2—1994、YS/T 372.13—1994、YS/T 372.14—1994、YS/T 374.2—1994、YS/T 375.4—1994、YS/T 375.5—1994 中银量测定方法的整合修订。

本部分与 YS/T 372.2—1994、YS/T 372.13—1994、YS/T 372.14—1994、YS/T 374.2—1994、YS/T 375.4—1994、YS/T 375.5—1994 相比,主要有如下变动:

- 将原标准采用的镍氰化钾置换,紫脲酸铵作指示剂,EDTA 络合滴定法改为在氨性介质中用 Ag-AgI 指示电极,碘化钾电位滴定法。
- 本标准将 GB/T 15072.5—1994《贵金属及其合金化学分析方法 金、钯合金中银量的测定》方法扩展应用于 AuAg、AuAgCuNi、AuAgCuMn、PtAg、PdAg、PdAgCu、PdAgCo 合金中 Ag 含量的测定。

本部分自实施之日起,同时代替 YS/T 372.2—1994、YS/T 372.13—1994、YS/T 372.14—1994、YS/T 374.2—1994、YS/T 375.4—1994、YS/T 375.5—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。

YS/T 372.1—2006

本部分主要起草人：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-2)—78、YB 946 (Au-13)—78、YB 946 (Au-14)—78、YB 946 (Pt-2)—78、
YB 946(Pd-4)—78、YB 946(Pd-5)—78
- YS/T 372.2—1994，YS/T 372.13—1994，YS/T 372.14—1994，YS/T 374.2—1994，
YS/T 375.4—1994，YS/T 375.5—1994

贵金属合金元素分析方法

银量的测定

碘化钾电位滴定法

1 范围

本标准规定了金、铂、钯合金中银含量的测定方法。

本标准适用于 AuAg、AuAgPt、AuAgCu、AuAgCuGd、AuAgCuNi、AuAgCuMn、AuAgCuMnGd、PtAg(AgPt)、PdAgCu、PdAg、PdAgCo 合金中银含量的测定。测定范围:15%~90%。

2 方法提要

金合金、铂合金试料用盐酸与硝酸的混合酸溶解。钯银铜、钯银、钯银钽合金用硝酸溶解。

在氨性介质中,用银-碘化银电极作指示电极,饱和甘汞电极作参比电极,用碘化钾标准滴定溶液滴定银(I),电位法指示终点。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.3 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.4 银标准溶液:称取 3.00 g 金属银(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 水、20 mL 硝酸,盖上表面皿,加热至完全溶解,赶尽氮氧化物,取下,冷却至室温。用无氯离子水冲洗表面皿和烧杯壁,转入 1 000 mL 容量瓶中,用无氯离子水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 3 mg 银。避光保存。

3.5 碘化钾标准滴定溶液(0.020 mol/L)。

3.5.1 配制:称取 9.96 g 碘化钾,用水溶解,稀释至 3 000 mL,混匀。

3.5.2 标定:标定与试料的滴定平行进行。

移取 15.00 mL 银标准溶液 3 份,分别置于 100 mL 烧杯中,盖上表面皿,于电炉上低温蒸至潮湿状,各加 4 mL 氨水,用水冲洗表面皿及烧杯壁,用银-碘化银电极为指示电极,饱和甘汞电极为参比电极,用碘化钾标准滴定溶液滴定至电位突跃最大为终点。

平行标定 3 份,所消耗的碘化钾标准滴定溶液的体积的极差值不应超过 0.05 mL,取其平均值。

按式(1)计算碘化钾标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \times 10^{-3}}{107.87 \times V_2} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——碘化钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

c_0 ——银标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——移取银标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时,所消耗的碘化钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

107.87——银的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。