



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.20—2006
代替 YS/T 373.4—1994

贵金属合金元素分析方法 镉量的测定 碘化钾析出 EDTA 络合滴定法

Methods for elementary analysis of precious alloy—
Determination of cadmium content—
Complexometric titration using potassium iodide 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: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 20 部分。

本部分是对 YS/T 373.4—1994 中镉量测定方法的修订。

本部分与原标准相比,主要有如下变动:

——对镉含量的测定范围进行了修订。

——对测定镉的方法的适用范围进行了修订。

本部分自实施之日起,同时代替 YS/T 373.4—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,陶赛祥。

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-4)—78;

——YS/T 373.4—1994。

贵金属合金元素分析方法

镉量的测定

碘化钾析出 EDTA 络合滴定法

1 范围

本标准规定了银合金中镉含量的测定方法。

本标准适用于 AgCd、AgInCd 合金中镉含量的测定。测定范围：5%~15%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解。银以氯化银沉淀分离。加过量 EDTA 络合镉，以二甲酚橙作指示剂，在 pH 约 5.8 的六次甲基四胺缓冲溶液中，用碘化钾析出与镉络合的 EDTA，锌标准滴定溶液返滴定以测定镉量。

3 试剂

3.1 碘化钾。

3.2 六次甲基四胺。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

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 氯化钠溶液(250 g/L)。

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

3.9 二甲酚橙溶液(2 g/L)。

3.10 镉标准溶液：称取 0.500 g 金属镉(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 硝酸溶液，盖上表面皿，加热至完全溶解，取下，冷却，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 镉。

3.11 锌标准滴定溶液

3.11.1 配制：称取 1.30 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，盖上表面皿，加热至完全溶解，蒸发至 2 mL~3 mL。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。

3.11.2 标定：标定与试料的滴定平行进行。

移取 10.00 mL 镉标准溶液，置于 250 mL 烧杯中，加 20 mL EDTA 溶液(3.8)，加水至总体积为 100 mL，加 2 g 六次甲基四胺(3.2)、5 滴二甲酚橙(3.9)溶液，滴加氨水(3.6)溶液至 pH 约 5.8，用锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变红色为第一终点。所消耗锌标准滴定溶液的体积不记数。

于滴定至第一终点的溶液中，搅动下加 25 g 碘化钾，并继续搅动 1 min，用硝酸溶液调 pH 约 5.8，用锌标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变红色为第二终点。所消耗锌标准滴定溶液体积为 V₂。

平行标定三份，所消耗锌标准滴定溶液体积的极差值不应超过 0.05 mL，取其平均值。

按式(1)计算锌标准滴定溶液的实际浓度：

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \times 10^{-3}}{112.41 \times V_2} \dots\dots\dots(1)$$