



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.7—2006
代替 YS/T 375.5—1994

贵金属合金元素分析方法 钴量的测定 EDTA 络合滴定法

Methods for elementary analysis of precious alloy—
Determination of cobalt 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: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:钯量的测定 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 7 部分。

本部分是对 YS/T 375.5—1994 中钴量测定方法的修订。

本部分与 YS/T 375.5—1994 相比,主要进行了编辑性修改,还有如下变动:

——按新标准编写的要求对溶液的配制、浓度的表示等进行了修订。

本部分自实施之日起,同时代替 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。

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(Pd-5)-78、YS/T 375.5—1994

贵金属合金元素分析方法

钴量的测定

EDTA 络合滴定法

1 范围

本标准规定了钯银钴合金中钴含量的测定方法。

本标准适用于 PdAgCo 合金中钴含量的测定。测定范围:3%~10%。

2 方法原理

试样用硝酸溶解。以氯化银沉淀分离银,用氨水掩蔽钯,加入过量 EDTA 溶液络合钴,用铬黑 T 作指示剂,在 pH8~pH9 的氨性介质中用硫酸亚锰标准滴定溶液返滴定以测定钴量。

3 试剂

3.1 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。

3.2 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.3 盐酸溶液(1+5)。

3.4 盐酸溶液(1+99)。

3.5 硝酸溶液(1+1)。

3.6 硫酸溶液(1+1)。

3.7 氨水溶液(1+1)。

3.8 氯化铵溶液(200 g/L)。

3.9 抗坏血酸溶液(100 g/L)。

3.10 乙二胺四乙酸二钠[Na₂EDTA·2H₂O(简写作 EDTA)]溶液(0.02 mol/L)。

3.11 铬黑 T 溶液(2 g/L),每配 50 mL 溶液滴加 1 滴氨水溶液(3.7)。

3.12 钴标准溶液:称取 0.50 g 金属钴(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(3.5),盖上表面皿,将烧杯置于电炉上低温微热至完全溶解,蒸发至 3 mL~5 mL,用水冲洗表面皿及烧杯壁,用水转入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.50 mg 钴。

3.13 硫酸亚锰标准滴定溶液(0.01 mol/L)。

3.13.1 配制:称取 0.549 4 g 金属锰(质量分数不小于 99.99%)于 250 mL 烧杯中,加 10 mL 硫酸溶液,盖上表面皿,于电炉上加热至完全溶解(若溶液呈现粉红色或有少量不溶黑色物时,加几滴硝酸加热溶解)。蒸至约 5 mL,稍冷,用水冲洗表面皿及烧杯壁,用水转入 1 000 mL 容量瓶中,加 700 mL 水、5 mL 抗坏血酸溶液,混匀,冷至室温,以水稀释至刻度,混匀。

3.13.2 标定:标定与试料的滴定平行进行。

3.13.2.1 移取 3 份 15.00 mL EDTA 溶液分别置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水、5 mL 氨水(3.2)、3 mL 氯化铵溶液,以下按(5.2.3)分别用硫酸亚锰标准滴定溶液滴定。

3.13.2.2 移取 3 份 10.00 mL 钴标准溶液分别置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水、5 mL 氨水(3.2)、3 mL 氯化铵溶液、15.00 mL EDTA 溶液,以下按(5.2.3)分别用硫酸亚锰标准滴定溶液滴定。平行标定 3 份,所消耗的硫酸亚锰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。随同标定做