

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.11—2006
代替 YS/T 373.6—1994

贵金属合金元素分析方法 镁量的测定 EDTA 络合滴定法

Methods for elementary analysis of precious alloy—
Determination of magnesium 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: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 11 部分。

本部分是对 YS/T 373.6—1994 中镁量测定方法的修订。

本部分与 YS/T 373.6—1994 相比,主要有如下变动:

- 溶液配制和浓度采用新的计量表示方法。

本部分自实施之日起,同时代替 YS/T 373.6—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:金娅秋。

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-6)-78、YS/T 373.6—1994。

贵金属合金元素分析方法

镁量的测定

EDTA 络合滴定法

1 范围

本标准规定了银镁合金中镁含量的测定方法。

本标准适用于 AgMg 合金中镁含量的测定。测定范围:3%~30%。

2 方法提要

用硝酸溶解试料,在 pH10 的氨性缓冲溶液中,以铬黑 T 作指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定以测定镁量。

3 试剂

3.1 氯化铵。

3.2 硝酸(ρ 1.40 g/mL)。

3.3 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.4 硝酸溶液(1+1)。

3.5 氯化铵-氨水缓冲溶液(pH10):称取 70 g 氯化铵溶解于 200 mL 水中,加 570 mL 氨水,用水稀释成 1 000 mL。

3.6 铬黑 T 溶液(2 g/L)。

3.7 镁标准溶液:称取 1.00 g 金属镁(质量分数不小于 99.99%),精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,加 40 mL 硝酸溶液(3.4),盖上表面皿,待溶解完全,于低温电炉上蒸至 3 mL~5 mL,冷却,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 1 mg 镁。

3.8 乙二胺四乙酸二钠[Na₂EDTA·2H₂O(简写作 EDTA)]标准滴定溶液。

3.8.1 配制。

3.8.1.1 EDTA 标准滴定溶液(0.010 mol/L):称取 3.72 g EDTA,置于 200 mL 烧杯中,用水溶解,用水转入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.8.1.2 EDTA 标准滴定溶液(0.025 mol/L):称取 9.31g EDTA,置于 250 mL 烧杯中,用水溶解,用水转入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.8.2 标定:标定与试料的滴定平行进行。

移取 5.00 mL 或 10.00 mL 镁标准溶液置于 250 mL 烧杯中,加入约 100 mL 水、10 mL 氯化铵-氨水缓冲溶液,滴加 5 滴~6 滴铬黑 T 溶液,以 EDTA 标准滴定溶液(镁含量约为 5 mg 时用 0.010 mol/L EDTA 标准滴定溶液;镁含量约为 10 mg 时用 0.025 mol/L EDTA 标准滴定溶液)滴定至试液由紫色变成纯蓝色即为终点。

平行标定 3 份,所消耗的 EDTA 标准滴定溶液体积的极差值不应超过 0.05 mL,取其平均值。

随同标定做空白试验。

按式(1)计算 EDTA 标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{c_0 \times V_1}{24.305 \times (V_2 - V_0)} \dots\dots\dots(1)$$