

ICS 77.040.30
H 15

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.2—2006

代替 YS/T 373.1—1994、YS/T 374.1~374.2—1994、YS/T 374.3~374.5—1994、YS/T 374.7—1994

YS/T 372.2—2006

贵金属合金元素分析方法 铂量的测定 高锰酸钾电流滴定法

Methods for elementary analysis of precious alloy—
Determination of platinum content—
Electricity titration using potassium permanganate

中华人民共和国有色金属
行业标准
贵金属合金元素分析方法
铂量的测定
高锰酸钾电流滴定法
YS/T 372.2—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcb.com

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字

2006年9月第一版 2006年9月第一次印刷

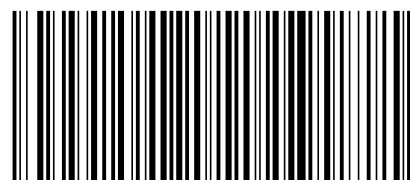
*

书号: 155066·2-17158 定价 8.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



YS/T 372.2-2006

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

式中:

c ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每毫升(mol/mL);

c_0 ——铂标准溶液的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_1 ——移取铂标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——标定时,所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

195.08——铂的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

4 装置

4.1 恒电位仪。

4.2 磁力搅拌器。

4.3 指示电极:铂电极。

4.4 参比电极:饱和氯化钾甘汞电极。

4.5 烘箱。

4.6 聚四氟乙烯消化罐,容积 30 mL。

5 试样

合金样品轧成厚度约 0.3 mm 的薄片,用丙酮除去油污,剪成碎屑,洗净,烘干,混匀。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试料,精确至 0.000 1 g。

表 1

铂质量分数/%	试料量/g
5.00~10.00	0.20
>10.00~20.00	0.10
>20.00~50.00	0.40
>50.00~80.00	0.35
>80.00~95.00	0.30

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 测定

6.3.1 溶解

将试料置于聚四氟乙烯消化罐中,加 15 mL 盐酸、5 mL 过氧化氢,于烘箱中 150℃±5℃烘箱中溶解 12 h。取出,冷却。

6.3.2 处理

将试液转入 400 mL 烧杯中,加 5 mL 氯化钠溶液,盖上表面皿,低温蒸至湿盐状。加 10 mL 盐酸,用水冲洗表面皿及烧杯壁,用水转入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。移取含铂约 20 mg 的试液于 100 mL 烧杯中,盖上表面皿,低温蒸至湿盐状,加 2 mL 盐酸、8 mL 氯化亚铜溶液,煮沸 2 min,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁,控制总体积约 40 mL。加 1 mL 硫酸溶液,将吹气管插入盖有孔表面皿的烧杯中吹气 20 min,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。再重复吹气 1 次,取下,用水冲洗表面皿及烧杯壁。

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:钨量的测定 偶氮氯膦Ⅲ分光光度法;
- 第 19 部分:钨量的测定 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:铟量的测定 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 2 部分。

本部分是对 YS/T 373.1—1994、YS/T 374.1—1994、YS/T 374.2—1994、YS/T 374.3—1994《铂钯合金化学分析方法》、YS/T 374.4—1994、YS/T 374.5—1994、YS/T 374.7—1994 中铂量测定方法的整合修订。

本部分与 YS/T 373.1—1994、YS/T 374.1—1994、YS/T 374.2—1994、YS/T 374.3—1994、YS/T 374.4—1994、YS/T 374.5—1994、YS/T 374.7—1994 相比,主要有如下变动:

——对银、铂合金中铂含量的测定方法进行了修订。

——对铂含量的测定范围进行了修订。

本部分自实施之日起,同时代替 YS/T 373.1—1994、YS/T 374.1—1994、YS/T 374.2—1994、YS/T 374.3—1994、YS/T 374.4—1994、YS/T 374.5—1994、YS/T 374.7—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。

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-1)-78、YB 946(Pt-1)-78、YB 946(Pt-2)-78、YB 946(Pt-3)-78、YB 946(Pt-4)-78、YB 946(Pt-5)-78、YB 946(Pt-7)-78。

——YS/T 373. 1—1994、YS/T 374. 1—1994、YS/T 374. 2—1994、YS/T 374. 3—1994、YS/T 374. 4—1994、YS/T 374. 5—1994、YS/T 374. 7—1994。

贵金属合金元素分析方法 铂量的测定 高锰酸钾电流滴定法

1 范围

本标准规定了银、铂合金中铂含量的测定方法。

本标准适用于 AgPt(PtAg)、PtPdRh、PtWRe、PtPd、PtCo、PtCu、PtNi 合金中铂含量的测定。测定范围：5%~95%(质量分数)。

2 方法提要

试料置于聚四氟乙烯消化罐中加盐酸与过氧化氢于烘箱中加热溶解。在稀盐酸溶液中用氯化亚铜将铂(IV)还原至铂(II)，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定。电流法指示终点，选定电位+0.65 V。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 过氧化氢(30%)。

3.3 硫酸溶液(1+3)。

3.4 氯化钠溶液(250 g/L)。

3.5 氯化亚铜溶液：称取 3.0 g 氯化亚铜，置于 100 mL 容量瓶中，加 30 mL 盐酸，以水稀释至刻度，混匀，用时现配。

3.6 铂标准溶液：称取 1.00 g 金属铂(质量分数不小于 99.99%)，精确至 0.000 1 g，置于聚四氟乙烯消化罐中，加 15 mL 盐酸、5 mL 过氧化氢于烘箱中 150℃±5℃溶解 6 h。取出，冷却。将溶液转入 400 mL 烧杯中，加 5 mL 氯化钠溶液，盖上表面皿，低温蒸至湿盐状，取下，加 3 mL 盐酸，用少许水冲洗烧杯壁，低温蒸至湿盐状。如此反复 3 次~4 次，取下。加 200 mL 盐酸，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 2 mg 铂。

3.7 高锰酸钾标准滴定溶液(0.004 4 mol/L)

3.7.1 配制：称取 0.7 g 高锰酸钾，溶于约 4 800 mL 水中，煮沸 1.5 h，静置过夜。用 3 号玻璃砂漏斗过滤，以水稀释至 5 000 mL，混匀。贮于棕色瓶中，暗处保存。

3.7.2 标定：标定与试料的滴定平行进行。

移取 10.00 mL 铂标准溶液，分别置于 100 mL 烧杯中，加 0.5 mL 氯化钠溶液，盖上表面皿，低温蒸至湿盐状。加 2 mL 盐酸、8 mL 氯化亚铜溶液，加水至总体积为 40 mL，加热煮沸 2 min，取下，用水冲洗表面皿及烧杯壁。加 1 mL 硫酸溶液，将吹气管插入盖有孔表面皿的烧杯中吹气 20 min，取下，用水冲洗表面皿及烧杯壁。再重复吹气 1 次。

于上述溶液中插入铂指示电极，饱和氯化钾甘汞电极，选定电位为+0.65 V，开动磁力搅拌器，用高锰酸钾标准滴定溶液进行滴定。以高锰酸钾标准滴定溶液的体积对相应的电流作图，将两直线外推，交点所对应的体积为滴定的终点。

平行标定 3 份，所消耗高锰酸钾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)计算高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度：

$$c = \frac{c_0 \cdot V_1 \times 10^{-3}}{195.08 \times V_2} \dots\dots\dots(1)$$