



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.17—2006
代替 YS/T 374.7—1994

贵金属合金元素分析方法 钨量和铼量的测定 钨酸重量法和硫脲分光光度法

Methods for elementary analysis of precious alloy—
Determination of tungsten and rhenium content—
Tungstic acid gravimetry and thiourea spectrophotometry

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 17 部分。

本部分是对 YS/T 374.7—1994 中钨量和铼量测定方法的修订。

本部分与 YS/T 374.7—1994 相比,主要有如下变动:

——对溶液的配制和浓度的表示等进行了修订。

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:安中庆。

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(Pt-7)—78、YS/T 374.7—1994。

贵金属合金元素分析方法

钨量和铼量的测定

钨酸重量法和硫脲分光光度法

1 范围

本标准规定了铂合金中钨含量和铼含量的测定方法。

本标准适用于 PtWRe 合金中钨含量和铼含量的测定。测定范围:W 为 8%~12%,Re 为 3%~6%。

2 方法提要

试样用盐酸与硝酸的混合酸溶解。钨成黄色钨酸析出,用重量法测定钨量;滤液经饱和氯化铵沉淀分离铂,用氯化亚锡将铼还原至低价,与硫脲生成黄色络合物,于分光光度计波长 445 nm 处测量吸光度以测定铼量。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.4 盐酸溶液(1+1)。

3.5 硝酸溶液(1+10)。

3.6 氯化铵饱和溶液。

3.7 氯化钠溶液(100 g/L)。

3.8 硝酸银溶液(10 g/L)。

3.9 硫脲溶液(50 g/L)。

3.10 氯化亚锡溶液(230 g/L):称取 23 g 氯化亚锡溶于 34 mL 盐酸(3.1)中,用水稀释至 100 mL。

3.11 铼标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铼(质量分数不小于 99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加入 4 mL 硝酸(3.2)、12 mL 盐酸(3.1),盖上表面皿,低温溶解,加入 0.5 mL 氯化钠溶液,蒸发至湿盐状。加入 100 mL 盐酸溶液(3.4),继续蒸至湿盐状,重复 3 次。用水冲洗表面皿及烧杯壁,再加水溶解残渣,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铼。

3.12 铼标准溶液:移取 25.00 mL 铼标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 250 μ g 铼,用时现配。

4 仪器

可见分光光度计:波长范围 330 nm~900 nm;波长准确度:±1 nm。

5 试样

试样用丙酮去除油污,加工成碎屑,洗净,烘干,混匀。

6 分析步骤

6.1 试料

称取约 0.40 g 试样,精确至 0.000 1 g。