

ICS 77.040.30  
H 15

# YS

## 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.17—2006  
代替 YS/T 374.7—1994

YS/T 372.17—2006

### 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

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  
钨量和铼量的测定  
钨酸重量法和硫脲分光光度法  
YS/T 372.17—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

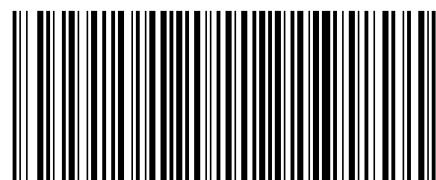
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字  
2006年9月第一版 2006年9月第一次印刷

\*  
书号: 155066·2-17192 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 372.17-2006

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

独立地进行两次测定,取其平均值。

## 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

## 6.3 测定

### 6.3.1 溶解

将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.2)、30 mL 盐酸(3.1),盖上表面皿,低温加热溶解。溶解时,按以上比例反复添加硝酸(3.2)和盐酸(3.1)直至完全溶解(可用玻璃棒捣碎沉淀看其是否溶解完全)。蒸发至约 10 mL,取下,冷至室温,用水冲洗表面皿及烧杯壁,加水至 30 mL,用双层致密无灰滤纸过滤(第一层滤纸紧贴漏斗壁,第二层滤纸的半径比第一层小约 0.7 cm,加溶液不能超过第二层滤纸高度的五分之四),用硝酸溶液(3.5)洗涤烧杯 5 次,每次 5 mL~6 mL,并用带橡皮头玻璃棒擦洗烧杯壁,把沉淀转入漏斗中,继续用硝酸溶液(3.5)洗涤沉淀至无氯离子(用硝酸银溶液检验)。

### 6.3.2 钨量的测定

把沉淀连同滤纸转入已恒重的瓷坩埚中,原烧杯经低温烘干,用小片经氨水润湿过的无灰滤纸擦洗粘附于烧杯壁上的钨酸,重复 3 次。将滤纸并入坩埚中,低温烘干、灰化,于 800℃±10℃灼烧 20 min,取下,于干燥器中放置 60 min,称量,再灼烧,直至恒重。

### 6.3.3 铼量的测定

6.3.3.1 将分离钨酸后的滤液和洗液盖上表面皿,在低温电炉上蒸发至近干,加入 0.5 mL 氯化钠溶液和 10 mL 盐酸溶液(3.4),蒸发至湿盐状,重复 3 次。残渣用 2 mL 盐酸溶液(3.4)和 15 mL 水溶解,用水冲洗表面皿及烧杯壁,用水转入 200 mL 容量瓶中,以水稀释至约 50 mL,将容量瓶置于水浴中加热至沸,取下,趁热加入 30 mL 氯化铵饱和溶液,混匀,再置于水浴中煮沸 30 min,取下,静置 3 h 以上,用水稀释至刻度,混匀。移取 10.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中。

6.3.3.2 向试液中加入 25 mL 盐酸(3.1)、12 mL 硫脲溶液、6 mL 氯化亚锡溶液,摇匀,以水稀释至刻度,混匀。静置 1 h。

6.3.3.3 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中,以随同试料的空白为参比,于分光光度计波长 445 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查得铼量。

## 6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0 mL,2.00 mL,3.00 mL,4.00 mL,5.00 mL,6.00 mL,7.00 mL 铼标准溶液分别置于一组 100 mL 容量瓶中,以下按 6.3.3.2 进行。

6.4.2 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中,以试剂的空白为参比,于分光光度计波长 445 nm 处测量吸光度。以铼量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的表述

7.1 按式(1)计算钨的质量分数  $w_w$ ,数值以%表示:

$$w_w = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.7930}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_1$ ——三氧化钨和坩埚的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——坩埚的质量,单位为克(g);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g);

0.7930——三氧化钨换算成钨的系数。

所得结果应表示至二位小数。

7.2 按式(2)计算铼的质量分数  $w_{Re}$ ,数值以%表示:

$$w_{Re} = \frac{m_1 \times V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

# 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 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。