



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 372.18—2006
代替 YS/T 372.11—1994

贵金属合金元素分析方法 钆量的测定 偶氮氯膦Ⅲ分光光度法

Method for elementary analysis of precious alloy—
Determination of gadolinium content—
Chlorophosponazo Ⅲ 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:钌量的测定 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 18 部分。

本部分是对 YS/T 372.11—1994 中钌量测定方法的修订。

本部分与 YS/T 372.11—1994 相比,主要有如下变动:

- 对金镍钌合金中钌含量的测定方法进行了修改。
- 对钌含量的测定范围进行了修订。

本标准自实施之日起,同时代替 YS/T 372.11—1994。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由贵研铂业股份有限公司负责起草。

本标准主要起草人:安中庆、李永兰、王应进。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- YB 946(Au-11)—78
- YS/T 372.11—1994

贵金属合金元素分析方法

钷量的测定

偶氮氯膦Ⅲ分光光度法

1 范围

本标准规定了金镍钷合金中钷含量的测定方法。

本标准适用于 AuNiGd 合金中钷含量的测定。测定范围:0.2%~1.4%。

2 方法提要

试料用盐酸与硝酸的混合酸溶解。亚硫酸还原分离金,在 0.1 mol/L 盐酸介质中,EDTA 存在下,钷与偶氮氯膦Ⅲ形成蓝色络合物,于分光光度计波长 673 nm 处测量吸光度以测定钷量。

3 试剂

3.1 亚硫酸(ρ 1.03 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.4 盐酸溶液(1+1)。

3.5 盐酸溶液(1+6)。

3.6 混合酸:3 个单位体积的盐酸(3.3)与 1 个单位体积的硝酸(3.2)相混合,用时现配。

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

3.8 氯化钠溶液(100 g/L)。

3.9 偶氮氯膦Ⅲ溶液(0.4 g/L)。

3.10 镍溶液:称取 0.250 g 金属镍(质量分数不小于 99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加入 4 mL 盐酸(3.3),盖上表面皿,低温溶解,冷至室温,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 0.5 mg 镍。

3.11 钷标准贮存溶液:称取 0.288 7 g 氧化钷(质量分数不小于 99.99%),置于 250 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(3.3),盖上表面皿,低温溶解,冷至室温,用水冲洗表面皿及烧杯壁,用水转入 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钷。

3.12 钷标准溶液:移取 2.00 mL 钷标准贮存溶液于 200 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 钷。用时现配。

3.13 补偿溶液:向 50 mL 容量瓶中加入 1 mL 镍溶液、2.5 mL 盐酸溶液(3.5),以水稀释至约 35 mL,加入 2.00 mL EDTA 溶液,混匀。准确加入 3.00 mL 偶氮氯膦Ⅲ溶液,以水稀释至刻度,混匀。用时现配。

4 仪器

可见分光光度计:波长范围为 330 nm~900 nm;波长准确度为 \pm 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。