**ICS** 77.150.99

**H 68**



YS/T 657-××××

代替YS/T 657-2007

氯亚铂酸钾

**Potassium tetrachloroplatinate(Ⅱ)**

审定稿

20××-××-××发布 20××-××-××实施

**中华人民共和国国家发展和改革委员会 发 布**

前 言

本标准是对YS/T 657-2007《氯亚铂酸钾》的修订。

本标准与原标准相比，主要有如下变动：

——增加引用文件“YS/T 646 铂化合物分析方法 铂量的测定 高锰酸钾滴定法”。

——铂含量的测定按照YS/T 646《铂化合物分析方法 铂量的测定 高锰酸钾滴定法》进行。

——修改Fe杂质元素含量由≤0.01%为≤0.003%，Si含量由≤0.01%为≤0.005%。

——外观改为暗红色粉末。

——删除附录C，杂质Ag的测定方法并入附录A。

——包装瓶由聚氯乙烯改为聚乙烯。

 本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

 本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

 本标准负责起草单位：有研亿金新材料有限公司。

本校准参加起草单位：北京有色金属研究总院、贵研铂业股份有限公司、×××、×××、……。

本标准主要起草人：陈斐、贺昕、尚再艳、李治宇、熊晓东、滕海涛、李娜、童坚、臧慕文、×××、×××、……。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

—YS/T 657-2007。

氯亚铂酸钾

1 范围

本标准规定了氯亚铂酸钾的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存及质量证明书与合同（或订货单）内容。

本标准适用于医药、涂镀及制备其他铂试剂用的氯亚铂酸钾。

2 规范性引用文件

 下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

YS/T 646铂化合物分析方法 铂量的测定 高锰酸钾电流滴定法

3 要求

3.1 化学成分

 氯亚铂酸钾中的铂质量分数应不小于46%。氯亚铂酸钾中的杂质元素质量分数应符合表1的规定。

 表1 %

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素名称 | Ag | Ca | Fe | Na | Cu | Mg | Pb | Mn | Al | Si | 总量 |
| 质量分数不大于 | 0.001 | 0. 01 | 0.003 | 0.01 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.005 | 0.1 |

3.2 溶解性

 氯亚铂酸钾应溶于水。

3.3 外观

 氯亚铂酸钾为暗红色粉末。

4 试验方法

4.1 铂含量的测定按照YS/T 646《铂化合物分析方法 铂量的测定 高锰酸钾电流滴定法》的规定进行。

4.2 杂质元素含量的测定按附录A和附录B的规定进行。

4.3 溶解试验：称取1 g产品（精确到0. 01 g），用10 mL水溶解，溶液应澄清。

4.4 外观采用目视进行检查。

5 检验规则

5.1 检查和验收

5.1.1 产品应由供方技术监督部门进行检验，保证产品质量符合本标准（或订货合同）的规定，并填写质量证明书。

5.1.2 需方应对收到的产品按本标准的规定进行检验，如检验结果与本标准（或订货合同）的规定不符合时，应在收到产品之日起一个月内向供方书面提出，由供需双方协商解决。如需仲裁，仲裁取样应由供需双方在需方共同进行。

5.2 组批

 产品应成批提交验收，每批应由一次投料生产出的产品组成。

5.3 检验项目

 每批产品应进行铂含量、杂质元素含量、溶解试验及外观的检验。

5.4 取样

 产品化学成分分析、溶解试验的取样：同一批产品混合均匀，从不同部位取产品总量的1%～5%，但最少不少于10 g，再用四分法缩分至检验所需数量。

5.5检验结果判定

5.5.1 铂含量检验结果不合格时，判该批不合格。

5.5.2 杂质含量检验结果不合格时，判该批不合格。

5.5.3 溶解试验检验结果不合格时，判该批不合格。

5.5.4 外观检验结果不合格时，判该批不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

在检验合格的产品上应注明：

a) 供方名称；

 b) 产品名称；

 c) 铂含量；

 d) 批号；

 e) 产品净重；

 f) 生产日期。

6.2 包装、运输、贮存

6.2.1 包装

 产品装入带有内盖的聚乙烯或聚丙烯塑料瓶中，严密封口，放入箱中进行中包装或外包装。包装单位由供需双方协商确定或合同约定。

6.2.2 运输

 产品可以由供需双方协商采用铁路、公路、水运等方式运输。

6.2.3 贮存

 产品应存放于阴凉清洁干燥处。

6.3 质量证明书

 每批产品应附有质量证明书，注明：

 a) 供方名称、地址、电话、传真；

 b) 产品名称；

 c) 批号；

 d) 净质量和件数；

 e) 各项分析检验结果和技术监督部门印记；

 f) 本标准编号；

 g) 出厂日期（或包装日期）。

7 订货单（或合同）内容

本标准所列产品的订货单（或合同）内应包括下列内容：

a) 产品名称；

b) 铂含量；

c) 净重；

d) 本标准编号；

e) 其他。

附 录A

（规范性附录）

ICP-AES法测定氯亚铂酸钾中杂质元素质量分数

A．1范围

 本附录规定了氯亚铂酸钾中杂质元素质量分数的测定方法。

 本附录适用于氯亚铂酸钾中杂质元素Ag、Ca、Fe、Cu、Mg、Pb、Mn、Al、Si质量分数的测定。测定范围见表A．1。

 表A．1 %

|  |  |
| --- | --- |
| 元 素 | 质量分数 |
| Ag、Fe、Cu、Mg、Mn | 0. 000 5～0. 01 |
| Ca、Pb、Al、Si | 0.0025～0. 02 |

A．2 方法提要

 试料以盐酸溶解。用基体匹配法进行电感耦合等离子体光谱测定。

A．3试剂

A. 3.1 盐酸(ρ1. 19g/mL)，优级纯。

A. 3.2 铂基体溶液：称取2. 000 0 g纯氯亚铂酸钾[w(K2PtCl4)≥99. 99%]，置于100 mL烧杯中，加入20 mL盐酸(1+1)，盖上表皿，低温加热溶解，冷却。将溶液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含20 mg氯亚铂酸钾。

A．3.3 银标准贮存溶液：称取1.000 0 g纯银[w(Ag)≥99. 95%]，置于150 mL烧杯中，加入25 mL硝酸(ρ1. 40g/mL)，盖上表皿，加热溶解并驱除氮的氧化物，冷却。将溶液移人1000mL棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 mg银。

A．3.4 铁标准贮存溶液：称取0. 100 0 g纯铁[w(Fe)≥99. 95%]，置于100 mL烧杯中，加入10 mL盐酸(1+1)，盖上表皿，加热溶解，冷却。将溶液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0mg铁。

A．3.5 铜标准贮存溶液：称取0.100 0 g纯铜[w(Cu)≥99. 95%]，置于100 mL烧杯中，加入10 mL硝酸(1+1)，盖上表皿，加热溶解并驱除氮的氧化物，冷却。将溶液移人100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 mg铜。

A．3.6 镁标准贮存溶液：称取0. 100 0 g纯镁[w(Mg)≥99.95%]，置于150 mL烧杯中，缓缓加入10 mL盐酸(1+1)，盖上表皿，加热溶解，冷却。将溶液移人100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 mg镁。

A．3.7 锰标准贮存溶液：称取0. 100 0 g纯锰[w(Mn)≥99.95%]，置于100 mL烧杯中，加入10 mL硫酸(1+4)，盖上表皿，加热溶解，冷却。将溶液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 mg锰。

A．3.8 钙标准贮存溶液：称取0.249 7 g碳酸钙[w(CaC03)≥99. 95%]，置于150 mL烧杯中，加入10 mL水，然后滴加盐酸(ρ1. 19g/mL)至完全溶解，再加5 mL盐酸(ρ1. 19g/mL)，盖上表皿，煮沸除去二氧化碳，冷却。将溶液移人100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0mg钙。

A．3.9 铅标准贮存溶液：称取0. 100 0 g纯铅[w(Pb)≥99. 95%]，置于100 mL烧杯中，加入10 mL硝酸(1+1)，盖上表皿，加热溶解并驱除氮的氧化物，冷却。将溶液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 mg铅。

A．3.10 铝标准贮存溶液：称取0. 100 0g纯铝[w(Al)≥99. 95%]，置于聚乙烯烧杯中，加入10 mL水，1 g氢氧化钾，盖上表皿，待其溶解完全后，用盐酸(ρ1. 19 g/mL)慢慢中和至出现沉淀，并过量5 mL，使其溶解，冷却。将溶液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 mg铝。

A. 3.11 硅标准贮存溶液：称取0.000 1 g单质硅[w(Si)≥99.95%]，置于聚四氟乙烯烧杯中，加入10 mL水，2.3 g氢氧化钾，盖上表皿，低温加热溶解，冷却。将溶液移人100 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，将溶液倒入塑料瓶中保存。此溶液1 mL含1.0 mg硅。

A．3.12 标准级差溶液：准确移取一定量各元素的标准贮存溶液(A.3.3～A.3.11)，用水逐级稀释。最后配制成质量浓度按表A.2所示的标准级差溶液，其酸度为体积分数5%HCl，并使溶液的铂基体质量浓度为2 mg/mL[ρ(K2PtCl4)]。

表A．2

|  |  |
| --- | --- |
| 元 素 | 质量浓度／(g/mL) |
| 1 | 2 | 3 | 4 |
| Ag、Fe、Cu、Mg、Mn | 0 | 0.050 | 0.10 | 1.0 |
| Ca、Pb、Al、Si | 0.10 | 0.20 | 2.0 |

A．4仪器

电感耦合等离子体光谱仪

仪器测定条件（参考）：RF功率1 150 W；载气压力2.2×105Pa；冷却气流量15 L/min；辅助气流量1.0L/min；观察高度(感应圈上方)15 mm；进液泵速1.85 mL/min。被测元素波长见表A.3。

表A．3

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Ag | Cu | Mg | Pb | Mn | Al | Ca | si | Fe |
| 波长/nm | 328.068 | 324. 754 | 279. 553 | 220. 353 | 257. 610 | 167. 081 | 393. 366 | 212. 412 | 240. 488 |

A．5 分析步骤

A．5.1 试料

 称取试样0.1 g，精确至0. 000 1g。

A．5.2 测定次数

 独立地进行两次测定，取其平均值。

A．5.3 空白试验

 随同试料做空白试验。

A．5.4 测定

A．5.4.1 将试料(A．5.1)置于50 mL烧杯中，加入2.5 mL盐酸(A．3.1)，10 mL水，盖上表皿，低温加热溶解，冷却。将溶液移入50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

A．5.4.2 按仪器测定条件(A．4)，将标准级差溶液输入等离子体中激发，制作工作曲线。输入空白试验溶液(A.5.3)和试料溶液(A.5.4.1)，测得空白试验溶液中和试料溶液中各被测元素的质量浓度。

A．6分析结果的计算

 按式(A．1)计算被测元素(Ag、Ca、Fe、Cu、Mg、Pb、Mn、Al、Si)的质量分数：

 $w\_{x}=\frac{(ρ\_{x}-ρ\_{0})V×10^{-6}}{m}×100$………………………………（A.1）

 式中：

 $w\_{x}$—被测元素的质量分数，数值以%表示；

 $ρ\_{x}$—试料溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升( g/mL)；

 $ρ\_{0}$—空白试验溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升(g/mL)；

V —试液总体积，单位为毫升(mL)；

m—试料的质量，单位为克(g)。

A．7 允许差

 实验室之间分析结果的差值应不大于表A．4所列允许差。

 表A．4 %

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元 素 | 质量分数 | 允许差 |
| Ag、Fe、Cu、Mg、Mn | 0. 000 5～0. 005 0>0. 005 0～0. 01 | 0. 001 00. 002 |
| Ca、Pb、Al、Si | 0. 0025～0. 010>0. 010～0. 02 | 0. 0020.003 |

附录B

（规范性附录）

火焰原子吸收光谱法测定氯亚铂酸钾中钠质量分数

B．1 范围

 本附录规定了氯亚铂酸钾中钠质量分数的测定方法。

 本附录适用于氯亚铂酸钾中钠质量分数的测定。测定范围：钠质量分数0.005%—0. 02%。

B．2方法提要

 试料用稀盐酸溶解。在盐酸介质中，以硫酸作消电离剂，用空气—乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长589.0 nm处测量吸光度，以工作曲线法测得钠质量分数。

B．3试剂

B．3.1 盐酸(ρ1. 19g/mL)，优级纯。

B．3.2 硫酸(1+1)，优级纯。

B．3.3 钠标准贮存溶液：称取0.254 2 g氯化钠于100 mL烧杯中，加入10 mL水，低温加热溶解，加入2.5 mL盐酸(ρ1. 19g/mL)，冷却。将溶液移人100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0mg钠。

B．3.4 钠标准溶液：移取10.0 mL钠标准贮存溶液于100 mL容量瓶中，加入2.5 mL盐酸

(ρ1. 19g/mL)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100.0g钠。

B．3.5 钠标准溶液：移取10.0 mL钠标准溶液(B.3.4)于100 mL容量瓶中，加入2.5mL盐酸(ρ1. 19g/mL)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10.0g钠。

B．4 仪器

原子吸收光谱仪，钠空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——特征质量浓度：在测量试料溶液的基体相一致的溶液中，钠的特征质量浓度应不大于0. 022g/mL。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的1.0%；

 用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度溶液）测量10次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的0. 5%。

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于0.7。

B．5 分析步骤

B．5.1 试料

 称取试样0.5 g，精确至0. 000 1 g。

B．5.2 测定次数

 独立地进行两次测定，取其平均值。

B．5.3 空白试验

 随同试料做空白试验。

B．5.4 测定

B．5.4.1 将试料(B.5.1)置于50 mL烧杯中，加入2.5 mL盐酸(B.3.1)，10 mL水，盖上表皿，低温加热溶解，加入0.5 mL硫酸(1+1)，冷却。将溶液移入50 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

B．5.4.2 使用空气一乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长589.0nm处，以水调零，与系列标准溶液同时测量吸光度，减去空白试验(B.5.3)溶液的吸光度，从工作曲线上查得相应的钠的质量浓度。

B．5.5 工作曲线的绘制

 移取0 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10. 00 mL钠标准溶液(B.3.5)，分别置于5个50 mL容量瓶中，加入2.5 mL盐酸(B.3.1)，用水稀释至刻度，混匀。

 使用空气一乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长589.0 nm处，以水调零，测量系列标准溶液的吸光度，减去“零”质量浓度溶液的吸光度，以钠的质量浓度为横坐标，吸光度为纵座标绘制工作曲线。

B．6分析结果的计算

按式(B.1)计算钠的质量分数：

 $w\_{Na}=\frac{\left(ρ\_{1-}ρ\_{0}\right)V×10^{-6}}{m}×100$………………………………(B.1)

式中：

$w\_{Na}$—钠的质量分数，数值以%表示；

$ρ\_{1}$—试料溶液中钠的质量浓度，单位为微克每毫升(g/mL)；

$ρ\_{0}$—空白试验溶液中钠的质量浓度，单位为微克每毫升(g/mL)；

V —试液总体积，单位为毫升(mL)；

m—试料的质量，单位为克(g)。

B．7允许差

 实验室之间分析结果的差值应不大于表B．1所列允许差。

 表B．1 %

|  |  |
| --- | --- |
| 钠质量分数 | 允许差 |
| 0.005～0. 010>0. 010～0. 02 | 0. 0020.003 |