铑化合物化学分析方法

第1部分：铑量的测定

硝酸六氨合钴重量法

试验报告

铑化合物化学分析方法

铑量的测定

硝酸六氨合钴重量法

前 言

铑具有高熔点、高稳定性、高硬度和强耐蚀抗磨性等特性， 铑主要用作高质量科学仪器的防磨涂料和催化剂，而铑化合物在催化、电镀、有机合成制药、新能源的开发等方面有广泛的应用，铑化合物作为贵金属均相催化剂，已广泛用于氢甲酰化、加氢、羰基合成等重要的化工过程中。随着贵金属行业的发展，贵金属化合物复杂多样，市场需求量不断增加。目前尚未查到与铑的化合物的相关标准分析方法，在铑的分析方法中，现有分析方法都需要预先破坏金属有机化合物中的有机物或使铑转化成可被测定的状态，通过重量法［1～6］、等离子发射光谱法(ICP) ［7～8］、火焰原子吸收光谱法(FAAS) ［9～10］等不同方法的测定。光度法、ICP法、原子吸收光谱法，这些方法通常用作低量铑物料中铑的测定。本项目系统研究了试料的处理条件、测定条件的选择，进行了试料的加标回收及方法精密度试验。实验结果表明，所拟定的分析方法适用于铑化合物中5 %～50 %铑量的测定。方法测定范围宽、准确、稳定，分析误差小，建立了可靠的分析方法，准确测定铑化合物中的铑含量，为铑化合物产品的质量控制及其产品交易提供可靠的依据。

1 试验部分

1.1主要仪器与试剂

1.1.1天平：感量0.01 mg。

1.1.2 亚硝酸钠（分析纯）。

1.1.3 硝酸（ρ1.42 g/L）。

1.1.4 盐酸（ρ1.19 g/L）。

1.1.5 高氯酸（70 %）。

1.1.6 过氧化氢（30 %）

1.1.7 硝酸六氨合钴饱和溶液：称取15 g结晶硝酸六氨合钴，加300 mL水，加热溶解，用快速滤纸过滤后，稀释至1000 mL。

1.1.8 硝酸六氨合钴洗液（0.5 g/L）。

1.1.9 无水乙醇（ρ0.79 g/mL）。

1.1.10 乙醚（ρ1.19 g/mL）。

1.2 实验方法

将试料（硝酸铑、硫酸铑、三氯化铑、醋酸铑、氯铑酸铵）置于聚四氟乙烯消化罐中，加20 mL盐酸（1.1.4），5 mL过氧化氢（1.1.6），置于烘箱中于150 ℃±5 ℃加热消解5 h，取出，冷却。

将试料（碘化铑、辛酸铑）置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（1.1.3），盖上表面皿，于电热板上加热溶解至小体积，加10 mL盐酸（1.1.4）蒸至小体积，再加5 mL盐酸（1.1.4）蒸至小体积取下，用水吹洗表皿和杯壁，于电热板上加热蒸至小体积，用20 mL盐酸（1.1.4）转入聚四氟乙烯消化罐中，加5 mL过氧化氢（1.1.6），置于烘箱中于150 ℃±5 ℃加热消解5 h，取出，冷却。

将试料（三苯基膦铑）置于100 mL烧杯中，加10 mL硝酸（1.1.3），盖上表面皿，于电热板上加热溶解至无黄烟，取下稍冷。加5 mL（1.1.5）高氯酸蒸至小体积，打开表面皿蒸至近干，盖上表面皿加10 mL盐酸（1.1.4）蒸至小体积，用水吹洗表面皿和杯壁，于电热板上加热蒸至小体积，用20 mL盐酸（1.1.4）转入聚四氟乙烯消化罐中，加5 mL过氧化氢（1.1.6），置于烘箱中于150 ℃±5 ℃加热消解5 h，取出，冷却。

于上述将试液转入500 mL烧杯中，蒸至近干，取下，加水至300 mL，盖上表面皿，加热至60 ℃，加5 g亚硝酸钠，继续加热至溶液沸腾，边搅拌边加入25 mL硝酸六氨合钴饱和溶液（3.6），继续搅拌至大量沉淀析出。保持微沸10 min。将烧杯浸入冷水中冷却1 h。用预先洗净、干燥、恒重好的4号玻璃砂芯坩埚抽滤，用带橡皮头的玻璃棒将沾附在烧杯壁上的沉淀檫下，用硝酸六氨合钴洗液（1.1.8）将烧杯中的沉淀完全洗入玻璃砂芯坩埚中，用用硝酸六氨合钴洗液（1.1.8）再洗沉淀2次，用无水乙醇（1.1.9）洗3次，乙醚（1.1.10）洗1次。将玻璃砂芯坩埚放入玻璃减压干燥器中干燥30 min，称重，再干燥，直至恒重。

2 结果与讨论

2.1 试样溶解条件的选择

为了使试样中铑转化为铑的氯络合物，对每种化合物采用多种溶样、处理方法，并进行结果对照。试验结果表明，硝酸铑、硫酸铑、三氯化铑、醋酸铑、氯铑酸铵、乙酰丙酮铑选择加盐酸20 mL ，过氧化氢5 mL，进罐5 h做以下试验；辛酸铑、碘化铑选择加10 mL硝酸溶解，15 mL盐酸赶硝后，加盐酸20 mL ，过氧化氢5 mL，进罐5 h做以下试验；三苯基膦铑选择加10 mL硝酸溶解，5 mL高氯酸冒烟，15 mL盐酸赶硝后加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐5 h做以下试验。

表1 试样溶解条件的选择

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 试料及含量 | 溶解条件 | 测定数据(%) | 结果描述 |
| 硝酸铑  (10.39%) | 不加试剂、不进罐 | 10.23、10.24、10.20 | 结果偏低 |
| 加盐酸20 mL、不进罐 | 10.27、10.25、10.27 | 结果稍低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、不进罐 | 10.27、10.25、10.27 | 结果稍低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐1 h | 10.27、10.24、10.27 | 结果稍低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐3 h | 10.38、10.38、10.37 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐5 h | 10.38、10.38、10.40 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐7 h | 10.38、10.38、10.39 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐大于7 h | 10.38、10.39、10.39 | 结果准确 |
| 硫酸铑  (5.68%) | 不加试剂、不进罐 | 5.23、5.42、5.21 | 结果偏低 |
| 加盐酸20 mL、不进罐 | 5.48、5.51、5.47 | 结果偏低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、不进罐 | 5.50、5.52、5.67 | 结果偏低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐1 h | 5.57、5.57、5.56 | 结果稍低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐3 h | 5.68、5.68、5.68 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐5 h | 5.68、5.67、5.68 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐7 h | 5.68、5.68、5.68 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐大于7 h | 5.68、5.68、5.69 | 结果准确 |
| 三氯化铑  (38.14%) | 不加试剂、不进罐 | 37.47、37.43、37.19 | 结果偏低 |
| 加盐酸20 mL、不进罐 | 37.48、37.64、37.66 | 结果偏低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、不进罐 | 37.62、37.70、37.77 | 结果偏低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐1 h | 38.00、37.89、37.94 | 结果稍低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐3 h | 38.11、38.09、38.11 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐5 h | 38.11、38.13、38.14 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐7 h | 38.10、38.09、38.18 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐大于7 h | 38.14、38.09、38.12 | 结果准确 |
| 通氢还原后加盐酸20 mL 、  过氧化氢5 mL、进罐5 h | ———— | 样品没溶完 |
| 通氢还原后加盐酸20 mL 、  过氧化氢5 mL、进罐7 h | ———— | 样品没溶完 |
| 通氢还原后加盐酸20 mL 、  过氧化氢5 mL、进罐9 h | 38.16、38.12、38.21 | 结果准确，但溶解时间长 |
| 通氢还原后加盐酸20 mL 、  过氧化氢5 mL、进罐12 h | 38.07、38.09、38.15 | 结果准确，但溶解时间长 |
| 碘化铑  (21.13%) | 加10 mL硝酸溶解，15 mL盐酸赶硝后  加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐1 h | 20.75、20.64、20.87 | 结果偏低 |
| 加10 mL硝酸溶解，15 mL盐酸赶硝后  加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐3 h | 21.00、20.84、20.91 | 结果稍低 |
| 加10 mL硝酸溶解，15 mL盐酸赶硝后  加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐5 h | 21.16、21.13、21.12 | 结果准确 |
| 加10 mL硝酸溶解，15 mL盐酸赶硝后  加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐7 h | 21.13、21.12、21.11 | 结果准确 |
| 加10 mL硝酸溶解，15 mL盐酸赶硝后  加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐大于7 h | 21.14、21.15、21.15 | 结果准确 |
| 通氢还原后加盐酸20 mL 、  过氧化氢5 mL、进罐5 h | ———— | 样品没溶完 |
| 通氢还原后加盐酸20 mL 、  过氧化氢5 mL、进罐7 h | ———— | 样品没溶完 |
| 通氢还原后加盐酸20 mL 、  过氧化氢5 mL、进罐9 h | 21.13、21.15、21.14 | 结果准确，但溶解时间长 |
| 通氢还原后加盐酸20 mL 、  过氧化氢5 mL、进罐12 h | 21.09、21.14、21.15 | 结果准确，但溶解时间长 |
| 醋酸铑  (23.71%) | 加盐酸20 mL、不进罐 | 23.44、23.57、23.49 | 结果偏低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、不进罐 | 23.58、23.59、23.61 | 结果稍低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐1 h | 23.57、23.53、23.59 | 结果稍低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐3 h | 23.72、23.71、23.69 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐5 h | 23.71、23.73、23.69 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐7 h | 23.70、23.72、23.71 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐大于7 h | 23.70、23.70、23.71 | 结果准确 |
| 氯铑酸铵  (28.15%) | 加盐酸20 mL、不进罐 | 27.91、27.89、27.90 | 结果偏低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、不进罐 | 27.88、27.99、27.98 | 结果稍低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐1 h | 27.98、27.86、28.09 | 结果稍低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐3 h | 28.15、28.14、28.12 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐5 h | 28.12、28.20、28.10 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐7 h | 28.14、28.16、28.15 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐大于7 h | 28.16、28.13、28.10 | 结果准确 |
| 辛酸铑  (26.37%) | 加10 mL硝酸溶解，15 mL盐酸赶硝后  加盐酸20 mL 、不进罐 | 26.13、26.09、26.12 | 结果偏低 |
| 加10 mL硝酸溶解，15 mL盐酸赶硝后  加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐1 h | 26.20、26.19、26.14 | 结果稍低 |
| 加10 mL硝酸溶解，15 mL盐酸赶硝后  加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐1 h | 26.16、26.13、26.10 | 结果稍低 |
| 加10 mL硝酸溶解，15 mL盐酸赶硝后  加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐3h | 26.36、26.37、26.36 | 结果准确 |
| 加10 mL硝酸溶解，15 mL盐酸赶硝后  加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐5 h | 26.37、26.36、26.35 | 结果准确 |
| 加10 mL硝酸溶解，15 mL盐酸赶硝后  加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐7 h | 26.37、26.38、26.38 | 结果准确 |
| 加10 mL硝酸溶解，15 mL盐酸赶硝后  加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐大于7 h | 26.37、26.40、26.38 | 结果准确 |
| 乙酰丙酮铑  (39.84%) | 加盐酸20 mL、不进罐 | 39.12、39.24、38.83 | 结果偏低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、不进罐 | 39.54、39.53、39.48 | 结果稍低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐1 h | 39.60、39.68、39.78 | 结果稍低 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐3 h | 39.80、39.80、39.86 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐5 h | 39.88、39.80、39.86 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐7 h | 39.86、39.79、39.85 | 结果准确 |
| 加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐大于7 h | 39.88、39.80、39.84 | 结果准确 |
| 三苯基膦铑  (10.75%) | 加10 mL硝酸溶解，5 mL高氯酸冒烟，15 mL盐酸赶硝后加盐酸20 mL 、不进罐 | 10.53、10.41、10.38 | 结果偏低 |
| 加10 mL硝酸溶解，5 mL高氯酸冒烟，15 mL盐酸赶硝后加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐1 h | 10.66、10.57、10.60 | 结果稍低 |
| 加10 mL硝酸溶解，5 mL高氯酸冒烟，15 mL盐酸赶硝后加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐3 h | 10.77、10.71、10.73 | 结果准确 |
| 加10 mL硝酸溶解，5 mL高氯酸冒烟，15 mL盐酸赶硝后加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐5 h | 10.79、10.72、10.74 | 结果准确 |
| 加10 mL硝酸溶解，5 mL高氯酸冒烟，15 mL盐酸赶硝后加盐酸20 mL 、过氧化氢5 mL、进罐7 h | 10.73、10.76、10.76 | 结果准确 |
| 加10 mL硝酸溶解，5 mL高氯酸冒烟，15 mL盐酸赶硝后加盐酸20 mL 、过氧化氢5mL、进罐大于7h | 10.73、10.78、10.72 | 结果准确 |

2.2 沉淀铑的条件试验

2.2.1 酸度试验

考虑试液转入大烧杯后蒸至小体积剩余的盐酸对沉淀结果的影响，取40 mg铑，加5 g亚硝酸钠，25 mL硝酸六氨合钴饱和溶液做试验。由表2可知，盐酸的剩余量在0.5 mL～1 mL范围内，测得铑含量准确. 选择盐酸的剩余量为1 mL做以下试验。

表2 酸度试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 铑的量（mg） | 盐酸的剩余量及加  入盐酸的量（mL） | 测得铑（mg） | 绝对误差(mg) | 相对误差(%) |
| 39.55 | 干 | 39.43 | -0.12 | -0.30 |
| 39.55 | 近干 | 39.52 | -0.03 | -0.08 |
| 39.55 | 0.5 | 39.56 | +0.01 | +0.03 |
| 39.55 | 1 | 39.56 | +0.01 | +0.03 |
| 39.55 | 2 | 39.54 | -0.01 | -0.03 |
| 39.55 | 0.5+1 mL盐酸 | 39.25 | -0.30 | -0.76 |
| 39.55 | 0.5+2 mL盐酸 | 39.13 | -0.42 | -1.06 |
| 39.55 | 0.5+4 mL盐酸 | 38.36 | -01.19 | -3.01 |

2.2.2 亚硝酸钠用量的选择

考虑亚硝酸钠用量对沉淀结果的影响，取40 mg铑，加入亚硝酸钠分别为1 g～8 g范围内，加25 mL硝酸六氨合钴饱和溶液做试验。由表3可知，亚硝酸钠用量在大于4 g时，测得铑含量准确. 选择亚硝酸钠用量为5 g做以下试验。

表3 亚硝酸钠用量的选择

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 铑的量（mg） | 亚硝酸钠用量（g） | 测得铑（mg） | 绝对误差(mg) | 相对误差(%) |
| 39.55 | 1 | 27.54 | -12.01 | -30.37 |
| 39.55 | 2 | 36.58 | -2.97 | -7.51 |
| 39.55 | 3 | 39.45 | -0.10 | -0.25 |
| 39.55 | 4 | 39.55 | 0.00 | 0.00 |
| 39.55 | 5 | 39.55 | 0.00 | 0.00 |
| 39.55 | 6 | 39.57 | +0.02 | +0.05 |
| 39.55 | 7 | 39.56 | +0.01 | +0.03 |
| 39.55 | 8 | 39.54 | -0.01 | -0.03 |

2.2.3 硝酸六氨合钴饱和溶液用量的选择

考虑硝酸六氨合钴饱和溶液用量对沉淀结果的影响，取40 mg铑，加入亚硝酸钠5 g，硝酸六氨合钴饱和溶液分别加入5 mL～40 mL范围内做试验。由表4可知，硝酸六氨合钴饱和溶液用量在大于等于20 mL时，测得铑量准确. 选择硝酸六氨合钴饱和溶液用量为25 mL做以下试验。

表4 硝酸六氨合钴饱和溶液用量的选择

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 铑的量（mg） | 硝酸六氨合钴饱和溶液用量（mL） | 现象 | 测得铑（mg） | 绝对误差(mg) | 相对误差(%) |
| 39.55 | 5 | 溶液无色 | 18.59 | -20.96 | -53.00 |
| 39.55 | 10 | 溶液无色 | 37.46 | -2.01 | -5.28 |
| 39.55 | 15 | 溶液淡黄色 | 39.41 | -0.14 | -0.35 |
| 39.55 | 20 | 溶液黄色 | 39.54 | -0.00 | -0.03 |
| 39.55 | 25 | 溶液黄色 | 39.55 | 0.00 | 0.00 |
| 39.55 | 30 | 溶液黄色 | 39.55 | 0.00 | 0.00 |
| 39.55 | 35 | 溶液黄色 | 39.56 | +0.03 | +0.03 |
| 39.55 | 40 | 溶液深黄色 | 39.55 | 0.00 | 0.00 |

2.3 杂质元素干扰与消除

取40 mg铑，分别加入各杂质元素，按上述最佳条件测定，由表5可知，常见杂质元素在加入量范围内不干扰测定。

表5 杂质元素干扰与消除

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 铑的量（mg） | 加入的元素（mg） | 测得铑（mg） | 绝对误差(mg) | 相对误差(%) | 备注 |
| 39.55 | Pt4+  0.20 | 39.56 | +0.01 | +0.03 |  |
| 39.55 | Pd2+ 0.20 | 39.58 | +0.03 | +0.08 |  |
| 39.55 | Ir4+ 0.20 | 39.57 | +0.02 | +0.05 |  |
| 39.55 | Ru3+ 0.05 | 39.59 | +0.04 | +0.10 |  |
| 39.55 | Au3+ 0.05 | 39.59 | +0.04 | +0.10 |  |
| 39.55 | Ag+ 0.05 | 39.59 | +0.04 | +0.10 |  |
| 39.55 | Cu2+ 0.05 | 39.58 | +0.03 | +0.08 |  |
| 39.55 | Fe3+ 0.05 | 39.60 | +0.05 | +0.13 |  |
| 39.55 | Pb2+ 0.05 | 39.56 | +0.01 | +0.03 |  |
| 39.55 | Sn4+ 0.05 | 39.56 | +0.01 | +0.03 |  |
| 39.55 | Ca2+ 0.50 | 39.54 | -0.01 | -0.03 |  |
| 39.55 | Mg2+ 1.00 | 39.55 | 0.00 | 0.00 |  |
| 39.55 | Na+ 1.00 | 39.55 | 0.00 | +0.00 |  |
| 39.55 | Cr3+ 0.05 | 39.58 | +0.03 | +0.08 |  |
| 39.55 | Zn2+ 1.00 | 39.56 | +0.01 | +0.03 |  |
| 39.55 | Al3+  0.05 | 39.56 | +0.01 | +0.03 |  |
| 39.55 | Ni2+ 0.50 | 39.56 | +0.01 | +0.03 |  |
| 39.55 | Si4+ 0.50 | 39.55 | +0.00 | +0.00 |  |
| 39.55 | Mn2+ 0.05 | 39.60 | +0.05 | +0.13 |  |
| 39.55 | Ba2+ 0.05 | 39.56 | +0.01 | +0.03 |  |

2.6 方法精密度

分别称取各化合物试样11份，按上述最佳条件测定测定，结果见表6。方法精密度好，RSD＜0.2 %。

表6 方法精密度

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 试料 | 测定数据(%) | 平均值(%) | RSD(%) |
| 硝酸铑 | 10.38 10.38 10.38 10.40 10.39 10.38 10.38 10.39 10.39 10.39 10.39 | 10.39 | 0.06 |
| 硫酸铑 | 5.68 5.67 5.68 5.68 5.69 5.68 5.68 5.68 5.68 5.68 5.69 | 5.68 | 0.09 |
| 三氯化铑 | 38.11 38.13 38.09 38.18 38.11 38.20 38.10 38.19 38.11 38.13 38.15 | 38.14 | 0.10 |
| 碘化铑 | 21.16 21.13 21.09 21.11 21.15 21.12 21.14 21.15 21.10 21.14 21.13 | 21.13 | 0.10 |
| 醋酸铑 | 23.71 23.75 23.69 23.71 23.70 23.76 23.72 23.68 23.72 23.70 23.68 | 23.71 | 0.11 |
| 氯铑酸铵 | 28.12 28.19 28.12 28.18 28.19 28.13 28.19 28.11 28.09 28.16 28.12 | 28.15 | 0.13 |
| 辛酸铑 | 26.35 26.38 26.38 26.35 26.39 26.40 26.34 26.33 26.43 26.36 26.37 | 26.37 | 0.11 |
| 乙酰丙酮铑 | 39.78 39.87 39.88 39.82 39.86 39.80 39.88 39.85 39.84 39.84 39.86 | 39.84 | 0.08 |
| 三苯基膦铑 | 10.75 10.76 10.75 10.75 10.75 10.77 10.73 10.75 10.74 10.76 10.75 | 10.75 | 0.10 |

2.7 样品加标回收率

分别称取各化合物试样，按上述最佳条件进行测定， 样品加入纯铑标准回收试验结果见表7。回收率在99.80 %～100.30 %范围内。

表7 试样加标回收试验

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 试样 | 试样本底值（mg） | 加入铑量（mg） | 测得铑量（mg） | 回收率（%） |
| 硝酸铑 | 30.64 | 10.15 | 40.81 | 100.20 |
| 28.75 | 20.30 | 49.04 | 99.95 |
| 24.42 | 30.45 | 54.83 | 99.87 |
| 硫酸铑 | 25.36 | 10.15 | 35.52 | 100.10 |
| 25.46 | 20.30 | 45.76 | 100.00 |
| 25.13 | 30.45 | 55.55 | 99.90 |
| 三氯化铑 | 26.44 | 10.15 | 36.59 | 100.00 |
| 24.81 | 20.30 | 45.12 | 100.05 |
| 24.72 | 30.45 | 55.14 | 99.90 |
| 碘化铑 | 23.94 | 10.15 | 34.10 | 100.10 |
| 24.53 | 20.30 | 44.80 | 99.85 |
| 23.86 | 30.45 | 54.35 | 100.13 |
| 醋酸铑 | 29.15 | 10.15 | 39.33 | 100.30 |
| 26.88 | 20.30 | 47.16 | 99.90 |
| 24.29 | 30.45 | 54.73 | 99.97 |
| 氯铑酸铵 | 22.92 | 10.15 | 33.07 | 100.00 |
| 24.65 | 20.30 | 44.91 | 99.80 |
| 23.16 | 30.45 | 53.62 | 100.03 |
| 辛酸铑 | 27.46 | 10.15 | 37.60 | 99.90 |
| 26.58 | 20.30 | 46.90 | 100.10 |
| 21.33 | 30.45 | 51.75 | 99.90 |
| 乙酰丙酮铑 | 32.86 | 10.15 | 43.00 | 99.90 |
| 25.76 | 20.30 | 46.05 | 99.95 |
| 23.33 | 30.45 | 53.80 | 100.07 |
| 三苯基膦铑 | 34.22 | 10.15 | 44.35 | 99.80 |
| 30.64 | 20.30 | 50.91 | 99.85 |
| 25.39 | 30.45 | 55.84 | 100.00 |

3 结论

用该分析方法测定铑结果准确可靠，测定范围：5 %～50 %，方法加标回收率和精密度分别为：99.80 %～100.30 %；RSD＜0.2 %。本方法操作简便、易于掌握，方法适用于实际样品分析且满足生产部门对产品质量控制的要求，宜于推广应用。

参考文献

[1] [刘文](http://www.cnki.net/KCMS/detail/%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20/kcms/detail/search.aspx?dbcode=CJFQ&sfield=au&skey=%e5%88%98%e6%96%87&code=21943218;25330242;11288632;23632862;22550601;21943219;11715414;), [李勇](http://www.cnki.net/KCMS/detail/%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20/kcms/detail/search.aspx?dbcode=CJFQ&sfield=au&skey=%e6%9d%8e%e5%8b%87&code=21943218;25330242;11288632;23632862;22550601;21943219;11715414;), [朱武勋](http://www.cnki.net/KCMS/detail/%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20%20/kcms/detail/search.aspx?dbcode=CJFQ&sfield=au&skey=%e6%9c%b1%e6%ad%a6%e5%8b%8b&code=21943218;25330242;11288632;23632862;22550601;21943219;11715414;),等，氢还原重量法测定硝酸铑产品中铑含量［J］.贵金属，2014，34（4）:11-15.

[2] 贵研铂业股份有限公司. YS/T 561-2009 贵金属合金化学分析方法 铂铑合金中铑量的测定 硝酸六氨合钴重量法[S].北京:中华人民共和国工业和信息化部, 2009.

[3] 易秉智,袁建良.辛酸铑催化剂的消解及其铑含量的测定[J].贵金属, 2013, 34(3): 66-68.

[4] 易秉智,卢军,俞华英,等.粗铑溶液中铑的选择性测定[J].贵金属, 2008, 29(4): 30-36.

[5] 肖耀坤,张峰,刘振华,等.铑电镀液中铑含量不同测定方法的比较[J].分析检测, 2005, 38(5): 68-71.

[6] 魏小娟,刘秋香,潘剑明,等.氢气还原法测定三碘化铑中铑含量[J].浙江冶金, 2012, 2(1): 19-20.

[7] 李芬,周西林.电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铂铑合金中铑[J].理化检验: 化学分册, 2011, 47(5): 525-527.

[8] 张岩,梁景程,杨慧娟,等.三苯基磷中铑的测定(ICP- AES 法)[J].辽宁化工, 2006, 35(9): 552-554.

[9] 韩梅,程舫,顾士芳,等.火焰原子吸收光谱法测定有机残液中的铑[J].光谱学与光谱分析, 2003, 23(1): 87-88.

[10] 施意华,卢启余,王晟,等. YS/T835-2012 尾气净化用金属载体催化剂中铂、钯和铑量的测定火焰原子吸收光谱法[S].北京:中国标准出版社, 2012.