铱化合物化学分析方法

第1部分：铱量的测定

硫酸亚铁电流滴定法

编制说明

（预审稿）

铱化合物化学分析方法第一部分：铱量的测定硫酸亚铁电流滴定法

编制说明

1 工作简况

1.1任务来源与协作单位

铱的高熔点、高稳定性使其在很多特殊性场合具有重要用途，新材料镀铱铼管用于国家航天军工事业，而铱化合物是重要的化工催化剂及制备其他铱试剂的原料。氯铱酸用于制造涂层电极，氯碱行业电解槽，也是重要的化工催化剂及铱试剂原料；三氯化铱是显示器的液显颜色材料；四氯化铱用于防腐涂料；Ir(III)化合物是1-3-丁二烯的聚合催化剂，也是N2H2分解的催化剂，用于卫星姿态控制。在铱的分析方法中，通常用光度法、重量法、等离子发射光谱法（ICP-AES）等不同方法测定。有文献报道用甲基红-高碘酸钾催化光度法测定铱[1-2]；氧化还原滴定法测定铂铱合金中的铱[3-7]。光度法、ICP-AES法主要用作低量铱物料中铱量的测定；而能够成熟的稳定的用于高含量铱化合物中铱量的测定方法不多。制定本标准目的在于建立可靠的分析方法，准确测定铱化合物中铱含量，为铱化合物产品的质量控制及其产品交易提供可靠的依据。查阅国内外标准，尚未查到与铱的化合物相关的标准分析方法，本文通过破坏有机化合物中的有机物或使铱转化成可被测定状态，在盐酸和硫酸介质中，用硫酸亚铁标准滴定溶液滴定铱含量，方法测定范围宽、稳定、准确，分析误差小。

综合以上情况，分析工作者研究了硫酸亚铁电流滴定法测定铱化合物中铱的含量，进行了加标回收及精密度试验，建立了一个准确可靠的、适用于铱化合物中铱含量的测定方法。测定范围8%～60%;加标回收率：99.75%～100.36%。

贵研铂业股份有限公司于2013年向上级主管部门提出制定铱化合物中铱量的测定硫酸亚铁电流滴定法国家标准计划书，于2014年11月获全国有色金属标准化技术委员会批准，计划编号为20140967-T-610，项目起止时间为2014年11月～2016年12月，技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会，标准起草单位为贵研铂业股份有限公司、贵研检测(云南)有限公司等。

本标准主要起草人：杨梅英 陶赛祥 罗一江 金娅秋 钱彦林 邢银娟 甘建壮 任传婷 方卫 马媛 张荣梅 梁洁 赵文虎 刘霞 杨辉 杨晓滔 朱武勋等。

本标准委托以下单位进行验证：

第一验证单位：江西汉氏铂业有限公司。

第二验证单位：金川集团股份有限公司。

1.2 主要工作过程，标准主要起草人所做的工作

接到标准制定任务后，贵研铂业股份有限公司、贵研检测（云南）科技有限公司明确制定了标准的进度安排、任务分工、确定了编制标准的工作计划及技术路线。为确保制定标准的质量和水平，贵研铂业股份有限公司主持召开了该标准的内部预审会。同时，根据全国有色金属标准化技术委员会的要求，我们于2016年4月开展样品分析验证工作，并将标准分析方法讨论稿、编制说明和样品提交验证单位，以进行标准分析方法主要技术条件和样品分析结果准确度、精密度的验证试验。

2 标准编制原则和标准主要内容的确定

2.1 编制原则

本标准在编制时，对国内外相关方面标准进行了详细的查新检索，在确定未见标准相同的资料时，提出以下编制原则。

2.1.1 本标准所涉及的试样前处理溶解实验，应能满足试验中铱全部转化为可测定的氯铱酸的形态。

2.1.2 本标准所涉及的加入盐酸的量，应能满足试样中四价铱的稳定、环保，节约试剂的要求。

2.1.3 本标准所涉及的吹气时间的试验，应能满足除去多余氧化剂的要求。

2.1.4 本标准所涉及的化合物中有机物前处理的试验，应能满足使样品有机物破坏完全的要求。

2.2 确定标准主要内容的依据

2.2.1 关于试样前处理溶解实验的确定

由于铱化合物中铱价态比较复杂，要使铱全部转化为可测定的四价，试验了不进罐和进罐氧化，试验结果表明，进罐可以确保铱全部转化为四价。

2.2.2 关于盐酸酸度的试验

要使铱全部转化为四价，必须要有盐酸和过氧化氢反应产生氯气，而要使四价铱稳定，必须要有足量的盐酸，试验结果表明，对于无需长时间保存的溶液，进罐时20mL盐酸即可，需要长时间保存（3个月以上）的溶液，如标准溶液，需补加盐酸至溶液酸度为50%。

2.2.3 关于吹气时间的试验

盐酸-过氧化氢反应产生氯气，可使铱的价态转化为四价，在测定中多余的氯气会把滴定后的三价铱氧化成四价，从而使结果偏高，所以必须通过吹气把多余的氯气除去，试验结果表明，吹气时间为10 min可以将氯气除尽。

2.2.4 关于有机物前处理试验

乙酰丙酮铱和醋酸铱这一类有机物，用盐酸无法使有机物破坏，必须先用硝酸使其有机物破坏完全至溶液清亮无渣，并且蒸至体积为一毫升，通过赶硝进罐除去多余硝酸。

2.3 本标准的适用范围：

本标准适用于四氯化铱、氯铱酸、氯铱酸铵、三氯化铱、醋酸铱、乙酰丙酮铱中铱含量的测定。

2.4 元素测量范围

铱含量为：8%～60%。

3 验证试验结果

3.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（*r*），超过重复性限(*r*)的情况不超过5％，重复性限（*r*）按以下表1数据采用线性内插法求得：

表1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 铱的质量分数/% |  |  |  |
| 重复线性(r) |  |  |  |

8.2允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表所列允许差。

表2

|  |  |
| --- | --- |
| 铱含量 | 允许差 |
| 8.00～20.00 |  |
| ﹥20.00～30.00 |  |
| ﹥30.00～40.00 |  |
| ﹥40.00～50.00 |  |
| ﹥50.00～60.00 |  |

4 与国内外同类标准对比

对国内外标准进行了查阅，未检索到“铱化合物化学分析方法铱量的测定硫酸亚铁滴定法电流法”相关标准。制定后的标准方法准确稳定、结果偏差小、操作简便、易于掌握、测定结果令人满意，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。

5 标准实施建议

建议该标准为推荐性国家标准。

6 参考文献

[1] 匡云艳,徐其亨,朱利亚. 铱(Ⅳ)-高碘酸钾-二安替比林对氯苯基甲烷新体系催化光度法测定痕量铱[J]. 分析化学. 1999(05)

[2] 寇宗燕,刘锡林. 对乙酰基偶氮羧-P-铱（Ⅳ）-KIO4体系催化光度法测定痕量铱[J]. 冶金分析. 1992(06)

[3] 袁文明, 于长珍, 黄树茂. 氧化还原滴定法测定铂铱合金中的铱[J].分析化学

[4] 黄树茂. 聚四氟乙烯热压器与贵金属样品的溶解[J]. 贵金属. 1992(04)

[5] 罗一江 .贵金属合金化学分析方法铂、钯合金中铱量的测定硫酸亚铁电流滴定法 [s] .贵金属.2008

[6] 郭秋泉. 活性铜粉置换金钯铂铑电流滴定铱［J］.贵金属，1993，14（3）:42-46.

[7] 郭秋泉. 活性铜粉置换金钯铂铑电流滴定铱[J]. 贵金属. 1993(03):54-56