发布

中华人民共和国国家技术监督检验检疫总局

国 家 标 准 化 管 理 委 员 会

××××-××-××实施

××××-××-××发布

铱化学分析方法

 铂、钯、铑、钌、金、银、铜、铁、镍、

铝、铅、锰、镁、锡、锌量的测定

 电感耦合等离子体发射光谱法

Method for chemical analysis of iridium -

Determination of platinum, palladium, rhodium, ruthenium, gold, silver, copper, iron, nickel, aluminum, lead, manganese, magnesium, tin, zinc content-

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

 （预审稿）

GB/T ××××—××××

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

H 68

1. 前 言

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本部分负责起草单位：贵研铂业股份有限公司，贵研检测科技（云南）有限公司。

本部分参加起草单位：广州有色院，贵研资源（易门）有限公司，南京质检院，北京有研院，紫金矿业，西北有色院。

本部分主要起草人：任传婷、方卫、徐光、甘建壮、马媛、李光俐、王应进、朱武勋、汪原伊

**铱化学分析方法**

**铂、钯、铑、钌、金、银、铜、铁、镍、**

**铝、铅、锰、镁、锡、锌量的测定**

**电感耦合等离子体发射光谱法**

1 范围

本标准规定了纯铱中铂、钯、铑、钌、金、银、铜、铁、镍、铝、铅、锰、镁、锡、锌量的测定方法。

本标准适用于纯铱中铂、钯、铑、钌、金、银、铜、铁、镍、铝、铅、锰、镁、锡、锌量的测定。测定范围：0.001%～0.1%。

2 方法提要

试料用盐酸-氯酸钾高温高压消解为溶液，使用电感耦合等离子体原子发射光谱，于各待测元素所对应的波长处测量并计算得到其质量分数。

3 试剂和材料

除非另有说明，本标准中使用确认为优级纯的试剂和相当于一级纯度的水。标准溶液和试剂溶液均贮存于塑料瓶中。

3.1 硝酸（ρ1.42 g/mL）。

3.2 盐酸（ρ1.19 g/ mL）。

3.3 过氧化氢（30%，v/v）。

3.4 王水：三单位体积的盐酸（3.2）与一单位体积的硝酸（3.1）混合，现用现配。

3.5 氯酸钾。

3.6 盐酸（1+4）。

3.7 银标准贮存溶液：称取0.100 0 g金属银（质量分数≥99.99%），置于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入2 mL硝酸（3.1），低温加热溶解完全，移入100 mL容量瓶中，加入10 mL硝酸（3.1），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1.0 mg 银。

3.8 钯标准贮存溶液：称取0.100 0 g金属钯（质量分数≥99.99%），置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3 mL盐酸（3.2），1 mL硝酸（3.1），低温加热溶解完全，移入100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1.0 mg 钯。

3.9 铂标准贮存溶液：称取0.100 0 g金属铂（质量分数≥99.99%），置于200 mL烧杯中，加入5 mL王水（3.4），低温加热溶解完全，蒸发至小体积，取下稍冷，加入10 mL盐酸（3.2），煮沸，冷却，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铂。

3.10 铑标准贮存溶液：称取0.100 0 g铑粉（质量分数≥99.99%），置于50 mL硬质玻璃管中，加入8 mL盐酸（3.2），2 mL过氧化氢（3.3），封管。在150℃下溶解48 h，冷却、开管。将管内试液洗入100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1.0 mg铑。

3.11 钌标准贮存溶液：称取0.1000 g钌粉（质量分数≥99.99%），置于硬质玻璃管中，加入8 mL盐酸（3.2），2 mL过氧化氢（3.3），封管后放于特制的钢弹中，在250℃溶解24 h。开管后，将管内试液转入100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1.0 mg钌。

3.12 金标准贮存溶液：称取0.100 0 g金属金（质量分数≥99.99%）,置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3 mL盐酸（3.2），1 mL硝酸（3.1），低温加热溶解完全，移入100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1.0 mg 金。

3.13 镁标准贮存溶液：称取0.100 0 g金属镁（质量分数≥99.99%）,置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3 mL盐酸（3.2），低温加热溶解完全，移入100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1.0 mg 镁。

3.14 铝标准贮存溶液：称取0.100 0 g金属铝（质量分数≥99.99%），置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3 mL盐酸（3.2），低温加热溶解完全，移入100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1.0 mg 铝。

3.15 锰标准贮存溶液：称取0.100 0 g金属锰（质量分数≥99.99%）,置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入2 mL硝酸（3.1），低温加热溶解完全，移入100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1.0 mg 锰。

3.16 铁标准贮存溶液：称取0.100 0 g铁粉（质量分数≥99.99%）,置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3 mL盐酸（3.2），低温加热溶解完全，移入100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1.0 mg 铁。

3.17 镍标准贮存溶液：称取0.100 0 g金属镍（质量分数≥99.99%）,置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3 mL盐酸（3.2），1 mL硝酸（3.1），低温加热溶解完全，移入100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1.0 mg 镍。

3.18 铜标准贮存溶液：称取0.100 0 g金属铜（质量分数≥99.99%），置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入2 mL硝酸（3.1），低温加热溶解完全，移入100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1.0 mg 铜。

3.19 锌标准贮存溶液：称取0.100 0 g金属锌（质量分数≥99.99%）,置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3 mL盐酸（3.2），低温加热溶解完全，移入100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1.0 mg 锌。

3.20 铅标准贮存溶液：称取0.100 0 g金属铅（质量分数≥99.99%）,置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3 mL硝酸（3.1），低温加热溶解完全，移入100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1.0 mg 铅。

3.21 锡标准贮存溶液：称取0.100 0 g金属锡（质量分数≥99.99%）,置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3 mL盐酸（3.2），1 mL硝酸（3.1），低温加热溶解完全，移入100 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1.0 mg 锡。

3.22 混合标准溶液：分别移取5.00 mL标准贮存溶液（3.7～3.21），置于100 mL容量瓶中，用盐酸（3.7）稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含50 µg银、钯、铂、铑、钌、金、镁、铝、锰、铁、镍、铜、锌、铅、锡。

3.23 氩气（体积分数≥99.99%）。

4 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。仪器工作条件参见附录A。

在仪器最佳工作条件下凡是能达到下列指标者均可使用：

——光源：氩等离子体光源，发生器最大输出功率不小于1.3KW。

——分辨率：200 nm时光学分辨率不大于0.010 nm；400 nm时光学分辨率不大于0.020 nm。

——仪器稳定性：仪器1 h内漂移不大于2.0%。

高温高压消解仪：最高温度320℃，工作压力130 bar

5 试样

样品充分混匀。

6 分析步骤

6.1试料

称取0.1 g试样，精确至0.000 1 g。

6.2 独立地进行两次测定，取其平均值。

6.3空白试验

随同试料做空白试验。

6.4测定

6.4.1试料溶液的制备：将试料（6.1）置于50 mL高温高压消解管中，加入10 mL盐酸（3.2），700 mg氯酸钾（3.5），程序升温至试料完全溶解。转出至100 mL烧杯中低温蒸发至小体积，冷却至室温，转入10 mL容量瓶中，用盐酸（3.6）稀释至刻度。混匀。

6.4.2工作曲线的绘制：分别移取0 mL、0.20 mL、1.00 mL、2.00 mL、10.00 mL、20.00 mL混合标准溶液（3.22）于一系列100 mL容量瓶中，用盐酸（3.6）稀释至刻度，混匀。在选定好的ICP-AES仪器条件下制作工作曲线。每个元素工作曲线相关系数均应≥0.9995。

6.4.3测定试料溶液（6.4.1）及空白溶液。仪器根据标准化工作曲线，计算并输出测试结果。

7 分析结果的计算

按公式（1）计算各杂质元素的质量分数*w(x)*，数值以%表示：

*w(x)*＝………………………………(1)

式中：

*0*――自工作曲线上查到的空白试料中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*1*――试料溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

V ――试液总体积，单位为毫升（mL）；

*m*0――试料的质量，单位为克（g）。

所得结果保留两位有效数字。

8 精密度

8.1 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*）的情况应不超过5%。重复性限（*r*）按表1数据采用线性内插法求得：

表1 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Pt | 质量分数/% | 0.0010 | 0.0100 | 0.100 |
| r/% | 0.0002 | 0.0008 | 0.003 |
| Pd | 质量分数/% | 0.0010 | 0.0100 | 0.100 |
| r/% | 0.0002 | 0.0005 | 0.004 |
| Rh | 质量分数/% | 0.0010 | 0.0100 | 0.100 |
| r/% | 0.0002 | 0.0005 | 0.005 |
| Ru | 质量分数/% | 0.0010 | 0.0100 | 0.100 |
| r/% | 0.0002 | 0.0003 | 0.003 |
| Au | 质量分数/% | 0.0010 | 0.0100 | 0.100 |
| r/% | 0.0002 | 0.0003 | 0.003 |
| Ag | 质量分数/% | 0.0010 | 0.0100 | 0.100 |
| r/% | 0.0002 | 0.0005 | 0.006 |
| Al | 质量分数/% | 0.0010 | 0.0100 | 0.100 |
| r/% | 0.0001 | 0.0005 | 0.004 |
| Cu | 质量分数/% | 0.0010 | 0.0100 | 0.100 |
| r/% | 0.0001 | 0.0004 | 0.004 |
| Fe | 质量分数/% | 0.0010 | 0.0100 | 0.100 |
| r/% | 0.0002 | 0.0004 | 0.002 |
| Mg | 质量分数/% | 0.0010 | 0.0100 | 0.100 |
| r/% | 0.0002 | 0.0003 | 0.002 |
| Mn | 质量分数/% | 0.0010 | 0.0100 | 0.100 |
| r/% | 0.0001 | 0.0003 | 0.002 |
| Ni | 质量分数/% | 0.0010 | 0.0100 | 0.100 |
| r/% | 0.0001 | 0.0005 | 0.004 |
| Pb | 质量分数/% | 0.0010 | 0.0100 | 0.100 |
| r/% | 0.0002 | 0.0006 | 0.004 |
| Sn | 质量分数/% | 0.0010 | 0.0100 | 0.100 |
| r/% | 0.0002 | 0.0009 | 0.004 |
| Zn | 质量分数/% | 0.0010 | 0.0100 | 0.100 |
| r/% | 0.0002 | 0.0003 | 0.002 |

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表2 允许差

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元 素 | *w(x)*/% | 相对允许差/% |
| Pt、Pd、Rh、Ru、Au、Ag、Al、Cu、Fe、Mg、Mn、Ni、Pb、Sn、Zn | 0.001～0.005 | 20 |
| 0.005～0.010 | 10 |
| ≥0.01～0.1 | 8 |

9 试验报告

——试样；

——使用的标准；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

附录A

（资料性附录）

仪器工作参数

仪器参数设定(参考)

测定条件：分析功率1.25 KW；冷却气流量15 L/Min；辅助气流量0.8 L/Min；载气流量0.2 L/Min；观测高度为线圈上方15 mm；观测方向为轴向；积分时间3 s；选择自动扣除各杂质元素相应背景点。铂、钯、铑、钌、金、银、铜、铁、镍、铝、铅、锰、镁、锡、锌推荐测定波长见表A.1：

表A.1 推荐的测定波长

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 波长/nm | 元素 | 波长/nm |
| Pt | 299.797 | Fe | 259.939 |
| Pd | 340.458 | Mg | 280.271 |
| Rh | 346.204 | Mn | 259.372 |
| Ru | 240.272 | Ni | 341.604 |
| Au | 267.595 | Pb | 405.781 |
| Ag | 338.289 | Sn | 189.927 |
| Al | 396.153 | Zn | 213.857 |
| Cu | 324.752 | - | - |