|  |
| --- |
|  |
| **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** |
| **编制说明** |
| **（预审稿）****2016年4月** |

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

**编制说明**

1. **工作简况**

**1.1 任务来源**

铱由于其高熔点、高稳定性使其在很多特殊场合具有重要用途。铱的最早应用是作笔尖材料，电触头等方面的用途。铱坩埚可用于生长难熔氧化物晶体，该坩埚能在2100～2200℃工作几千小时，是重要的贵金属器皿材料。铱的高温抗氧化性和热电性能使铱/铱铑热电偶成为惟一能在大气中测量达2100℃高温的贵金属测温材料。目前，铱在航空航天的抗高温氧化涂层材料的制备方面得到了广泛的应用。

分析结果的准确性是保证产品质量，维护公平、公正交易，促进相关行业健康持续发展的必要条件。标准化是确保分析结果准确的重要保障。由于铱的高耐腐蚀性，很难将其转化为单纯体系的溶液，所以纯铱产品中杂质元素的测定方法均一直采用2006年制定的固体粉末进样的直流电弧发射光谱法 [1，2]。粉末法虽然避免了铱粉的溶解，但此方法需要高纯的铱基体配制粉末标准样品，铱基体及粉末标样制备困难耗时，成本昂贵。而且还需采用测光仪测定光谱板上各杂质元素的黑度值，检测周期长、精密度和准确度较差。主要设备直流电弧平面光栅光谱仪目前已基本淘汰，少有生产，因此急需起草新的标准方法替代直流电弧发射光谱法。虽然三氯化铱产品标准[3]附录中已采用了ICP-AES测定铱化合物中部分元素。并且已有有关ICP-AES法测定铱化合物中的杂质元素[4]的报道。但由于铱粉的难溶性导致其无法采用ICP-AES法进行测定。2014年我们专门引进高温高压消解仪用于铱粉的溶解，解决了用溶液进样的电感耦合等离子体发射光谱法或电感耦合等离子体质谱法测定纯铱中杂质元素的瓶颈，为制订电感耦合等离子体发射光谱法测定纯铱中杂质元素扫清了障碍。

为此，贵研铂业股份有限公司提交了相关建议书。2013年10月国家标准委以国标委综合[2013]56号文下达该标准的修订任务，项目起止时间为2014年～2015年，国家标准计划号为20131023-T-610。技术归口单位为全国有色金属标准技术委员会，起草单位为贵研铂业股份有限公司、贵研检测科技（云南）有限公司。接到标准制订任务后，根据任务落实会会议精神，组建了电感耦合等离子体原子发射光谱法测定纯铱中杂质元素标准起草小组，主要由贵研铂业股份有限公司检测中心技术人员组成。

本标准于2013年11月由全国有色金属标准计量质量研究所主持，在广西省桂林市召开了任务落实会，根据任务落实会会议精神和与会专家的意见，于2016年12月完成讨论稿。第一验证单位为：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；第二验证单位为：紫金矿业，西北有色院。

**1.2 主要工作过程、标准主要起草人及其所做工作**

根据全国有色金属标准化技术委员会的要求，标准起草小组开展系列的实验工作，并于2016年4月完成了编制说明、实验报告及标准稿的编写。形成了预审稿提交审定。

1. **标准编制原则和确定标准主要内容的依据**

**2.1 编制原则**

编制本标准的目的是以能满足《GB/T1422-2004铱粉》产品标准中杂质含量的准确快速测定要求基础上。本着分析技术的先进性、适用性和可操作性，根据国情制订技术规范并力求与国外先进技术接轨。

**2.2 确定标准主要内容的依据**

2.2.1 检测方法的确定

为解决YS/T364-2006直流电弧发射光谱法的诸多不足，采用溶液进样的ICP-AES（电感耦合等离子体原子发射光谱法）或ICP-MS（电感耦合等离子体质谱法）测定铱中微量杂质元素成为目前的首选。尤其是采用电感耦合等离子体发射光谱法测定纯铱中杂质元素，具有以下优点：（1）杂质元素标准溶液配制简单且易与其它方法通用，不需采用难得的铱基体配制粉末标准样品，大大节约分析成本和时间；（2）检测周期短，能满足快速检测的需要；（3）检测精密度和准确度远远优于直流电弧发射光谱法。但由于目前对于高温高压溶解铱的容器器皿材质方面的局限性，在溶解过程中会引入硅，导致硅元素无法进行测定，其余元素均满足铱粉产品中需要测定元素要求。

2.2.2主要试验的分析

本文采用盐酸和氯酸钾消解试样，电感耦合等离子体发射光谱法同时测定杂质元素，建立了铱粉中铂、钌、铑、钯、金、银、铜、铁、镍、铝、铅、锰、镁、锡、锌等杂质元素的ICP-AES测定方法。对分析方法准确度和精密度进行了考察和评价，电感耦合等离子发射光谱法测定铱中杂质，分析速度快，结果准确。

**2.2.3方法准确度**

由于没有相应的标准样品进行方法准确度测定，我们采用合成样品的方式来验证方法准确度。

称取铱样品4份，每份0.1g，一份做空白，另外3份加入不同含量的杂质标准溶液，按实验方法处理后进行测定。从实验结果可以看出，样品的加标回收率在89.2%～117.1%之间，远远优于YS/T 363-2006，能够满足铱粉分析准确度的要求。

**2.2.4方法精密度**

用铱粉样品加入低、中、高杂质元素标准配制合成样品做精密度试验。从实验结果可以看出，低、中、高量的相对标准偏差分别为：2.21%～6.87%、0.94%～4.09%、0.81%～4.23%。

**3 标准水平分析**

铱粉由于溶解困难和铱基体与杂质元素之间的分离困难等原因，国内外对其纯度分析都没有很好的解决方案。国外在九十年代还保留着铱的直流电弧发射光谱法。进入二十一世纪后，随着新的检测技术发展，有用激光烧蚀进样与ICP-MS或ICP-AES联用技术解决铱难溶解问题，或采用辉光放电质谱直接固体分析，但都没有制定出相关的标准检测方法。国内我们在70年代起草了YB927-78纯铱的发射光谱法分析方法，2006年进行了修订形成YS/T 364-2006纯铱的发射光谱法分析方法并延用至今。该标准虽然不用溶解铱粉，但操作烦琐费时，且需要用铱基体配制相应的光谱粉末标样，成本高，准确度较低，可操作性差。目前，所使用的直流电弧平面光栅光谱仪已基本处于报废淘汰状况。ICP-AES和高温高压消解仪的普及为纯铱的纯度分析带来了新的曙光。

新制定的本标准解决了铱的溶解难题，采用ICP-AES进行测定，不需要采用昂贵的铱基体进行基体匹配，节约了分析成本，改善了原有方法的繁琐冗长及极大的提高了原标准测定的精密度和准确度，易于推广使用。达到了国际先进水平。

**4 标准性质建议**

建议本标准为推荐性标准。

**5 参考文献**

[1]尚再艳, 李茂良, 朱晋, 等. YS/T 643-2007水合三氯化铱[S]. 北京：中国标准出版社, 2007.

[2] 文劲松, 方卫, 李楷中. YS/T364-2006 纯铱中杂质元素的光谱分析[S]. 北京：中国标准出版社, 2006.

[3] 谭文进, 张欣, 文劲松. GB/T1422-2004 铱粉[S]. 北京：中国标准出版社, 2004.

[4]徐锁平, 杨萍, 高志祥. ICP -AES 法测定铱化合物中杂质成分[J]. 冶金分析, 23(2):20-23,2003.