ICS 77.120.99

H 68



YS/T ××××—201×

|  |
| --- |
|  |

 铑化合物化学分析方法

氯离子、硝酸根离子含量的测定

离子色谱法

|  |
| --- |
|   |

Method for analysis of rhodium compounds

Determination of the chloride ion contents and nitrate ion contents

Ion chromatography method

(预审稿)

201×－××－×× 发布　　　　　　　　　201×－××－×× 实施

中 华 人 民 共 和 国 工 业 和 信 息 化 部 发布

前 言

本标准按照GB/T1.1-2009给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本标准负责起草单位：贵研铂业股份有限公司 xxx。

本标准参加起草单位： xxx。

本标准主要起草人：杨辉 杨洋 金娅秋 XXX

铑化合物化学分析方法

 氯离子、硝酸根离子的测定

 离子色谱法

1 范围

本标准规定了离子色谱法测定铑化合物中氯离子（Cl）、硝酸根离子（NO）的方法。

本标准适用于硝酸铑中氯离子含量；硫酸铑中氯离子含量、硝酸根离子的测定,测定范围：0.0005～0.05％ 。

2 方法提要

试样经氨水调节PH值，使化合物中铑析出，沉淀过夜，以氢氧化钾为淋洗液，用电导检测器测定上清液中氯离子、硝酸根离子的含量。

3 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和符合电导率（25℃）不大于0.0055Ms/m(相当于电阻率18.2MΩ·cm)的去离子水。

3.1 氨水(ρ0.895g/mL)。

3.2 氨水(1+9)。

3.3 氯离子（Cl）标准贮备液：1000ug/mL。称取0.3297g氯化钠（105℃烘干2h）溶于水中，转移至1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮存于聚乙烯瓶中，置于冰箱中冷藏。

3.4 硝酸根离子（NO）标准贮备液：1000ug/mL。称取0.3261g硝酸钾（105℃烘干2h）溶于水中，转移至1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。贮存于聚乙烯瓶中，置于冰箱中冷藏。

3.5 氯离子（Cl）、硝酸根离子（NO）混合标准溶液：100ug/mL分别准确移取10.00mL氯离子（Cl）标准贮存溶液（3.3）、硝酸根离子（NO）标准贮存溶液（3.4）、至100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。贮存于聚乙烯瓶中，置于冰箱中冷藏。

3.6 氮气（质量分数≥99.999%）。

4 仪器和设备

4.1 离子色谱仪。

4.1.1 色谱柱：阴离子分离柱和阴离子保护柱。

4.1.2 抑制器：电解自动再生微膜抑制器或其他抑制器。

4.1.3 检测器：电导检测器。

4.1.4 淋洗液：氢氧化钾淋洗液。

4.2 0.22μm水性微孔滤膜过滤器。

4.3 1mL一次性医用注射器。

4.4 样品预处理柱：氢柱、钡柱。

4.5 采用10～40 mmol/L KOH梯度淋洗，淋洗浓度梯度设置为0～13.5 min，10 mmol/L；13.6～20 min,40 mmol/L；20.1～24 min ，10 mmol/L 推荐仪器工作条件见表1

表.1 仪器工作条件

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 淋洗初始浓度（mmol/L） | 淋洗终点浓度（mmol/L） | 淋洗时间（min） | 淋洗液流量（mL/min） | 进样器（μL） | 抑制电流（mA） | 池温（℃） | 柱温（℃） |
| 10 | 40 | 24 | 1 | 25 | 100 | 35.0 | 30 |

5 试样

样品储存于密闭容器内，用时现称

6.1 试料

按表2称取试样，精确至0.0001g。

6.2 测定次数

 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。用蒸馏水代替试样

6.4 测定

6.4.1

6.4.1 氢柱、钡柱活化：用10 mL水匀速冲洗，放置30min后使用。

6.4.1 将试料（6.1 硝酸铑）置于容量瓶中，加入50mL水，摇匀，逐滴加入氨水（3.2）调节PH值至8，用水稀释至刻度，摇匀。静置过夜。将上清液经过0.22μm水性微孔滤膜过滤器，弃去初始的10mL滤液。将滤液过提前活化好的氢柱后直接进入离子色谱仪进行测定。

6.4.2 将试料（6.1 硫酸铑）置于容量瓶中，加入50mL水，摇匀，逐滴加入氨水（3.2）调节PH值至8，用水稀释至刻度，摇匀。静置过夜。将上清液经过0.22μm水性微孔滤膜过滤器，弃去初始的10mL滤液。将滤液过提前活化好的氢柱、钡柱后直接进入离子色谱仪进行测定。

6.4.3 按照离子色谱仪工作条件，将仪器准备好，带基线稳定后注入试样，根据记录个离子的峰高，扣除空白值，从工作曲线上查出被测元素的质量浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 分别移取0mL、0.100mL、0.500mL、1.00mL 、2.00mL、5.00mL氯离子（Cl）、硝酸根离子（NO）混合标准溶液 (3.5)于一组100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此工作液各元素的质量浓度分别为0.00μg/mL、0.1μg/mL、0.50μg/mL、1.00μg/mL、2.00μg/mL、5.00μg/mL。

6.5.2 按照离子色谱仪推荐工作条件，将仪器准备好，带基线稳定后注入标准，根据记录个离子的峰高，扣除空白值，从工作曲线上查出被测元素的质量浓度。

7 分析结果的计算

按下式计算氯离子（Cl）、硝酸根离子（NO质量分数*w*(X),数值以％表示：

式中：

*w(*X)＝…………………………………………(1)

——待测元素；

——试料溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

——试料溶液的体积，单位为毫升（mL）；

——空白溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

——试料质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位。

8精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个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)按表3采用线性內插法获得。

 表 2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 硝酸根离子（NO） | 质量分数/% | 0.00668 | 0.0124 | 0.04218 |  |
|  r/% |  | 0.00193 | 0.0035 |  |
| 氯离子（Cl） | 质量分数/% | 0.01767 | 0.04182 |  |  |
|  r/% | 0.0025 |  |  |  |

8.2 再现性

在再现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大于再现性限（R），大于再现性（R）的情况不超过5%，再现性（R）按表4数据采用线性内插法求得。

表 3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 硝酸根离子（NO） | 质量分数/% | 0.00668 | 0.0124 | 0.04218 |  |
|  R/% |  | 0.00240 | 0.0042 |  |
| 氯离子（Cl） | 质量分数/% | 0.01767 | 0.04182 |  |  |
|  R/% | 0.0079 |  |  |  |

9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

 试样；

 使用的标准（包括发布和出版年号）；

 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。