YS/T XX-20xx

ICS 77.120.99

H 15

中华人民共和国工业和信息化部 发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

二氯四氨铂化学分析方法

第1部分：铂含量的测定

重量法

Methods for chemical analysis of Tetrammineplatinum(II) chloride—

Part 1: Determination of platinum content—

Gravimetric method

(送审稿)

前 言

YS/T XXXX 《二氯四氨铂化学分析方法》分为2个部分：

——第1部分：铂含量的测定 重量法

——第2部分：镁、钙、铁、镍、铜、铑、钯、银、铱、金、铅含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

本部分为YS/T XXXX 的第1部分。

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/TC 243）提出并归口。

本部分起草单位：徐州浩通新材料科技股份有限公司、贵研铂业股份有限公司、广东省工业分析检测中心、西安凯立新材料股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、有色金属技术经济研究院、北矿检测技术有限公司、浙江微通催化新材料有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司。

本部分主要起草人：夏军、奚红杰、巩伟龙、向磊、金娅秋、陈小兰、李娜、汤淑芳、曾荷峰、王飞、万克柔、谭小艳、王芳、侯川、张丽、王冠群、左鸿毅、罗荣根。

二氯四氨铂化学分析方法

第1部分：铂含量的测定

重量法

1 范围

YS/T XXXX的本部分规定了二氯四氨铂中铂含量的测定方法。

本部分适用于二氯四氨铂中铂含量的测定。测定范围：50.00% ~ 59.00%。

2 方法提要

试料经高温灼烧破坏铂离子的配位结构，形成海绵铂，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定灼烧恒重后海绵铂的杂质含量，计算海绵铂纯度，以纯海绵铂的重量计算二氯四氨铂中的铂含量。

3 试剂和材料

除非另有说明，在分析中使用确认为分析纯或更高纯度的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

3.1 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

3.2 盐酸（ρ=1.17 g/mL）。

3.3 混合标准溶液：钯、铑、铱、钌、铝、镁、金、银、锡、铋、锌、锰、铅、铜、镍、铬、铁混合标准溶液，此溶液1 mL含50 ug上述元素。

3.4 硅标准溶液：1 mL含100 ug硅。

3.5 氩气（质量分数≥99.99%）。

4 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。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：氩气等离子体光源，发生器最大输出功率不小于1.30 kW。

——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：在仪器的最佳工作条件下，用1 μg/mL的铜标准溶液测量11次，其光强度的相对标准偏差不超过2.5%。

5 试样

试样密封于塑料袋或塑料瓶中，并置于干燥器中备用。

6 分析步骤

6.1 试料

称取2.0 g试样，精确至0.0001 g。

6.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

6.3 测定

6.3.1 将30 mL带盖瓷坩埚置于马弗炉（4.1）中，控制温度于800℃灼烧30 min。取出稍冷，置于干燥器中，冷却至室温，称量，重复以上步骤至恒重（两次称量的质量差小于0.0005 g）。

6.3.2 将试料（6.1）置入已恒重的瓷坩埚中，将瓷坩埚置于马弗炉（4.1）中，加盖（留有缝隙），按照表1灼烧升温程序进行灼烧。

6.3.3 取出稍冷，加盖置于干燥器中，冷却至室温，重复称量至恒重（两次称量的质量差小于0.0005 g）。

6.3.4 灼烧海绵铂纯度测定

6.3.4.1 称取两份各1.0 g恒重后的海绵铂，置于300 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入18 mL盐酸（3.2）与6 mL硝酸（3.1），盖上表面皿，低温溶解至完全。取下，冷却至室温，转入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀待测，随同试料做空白试验。

6.3.4.2 分别移取0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL混合标准溶液（3.3）于一组100 mL容量瓶内，各加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度，摇匀，此标准系列溶液1 mL含钯、铑、铱、钌、铝、镁、金、银、锡、铋、锌、锰、铅、铜、镍、铬、铁依次为0 ug、0.05 ug、0.25 ug、0.50 ug、2.50 ug、5.00 ug；分别移取0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL硅标准溶液（3.4）于一组100 mL塑料容量瓶内，各加入10 mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度，摇匀，此标准系列溶液1 mL含硅依次为0 ug、0.10 ug、0.50 ug、1.00 ug、5.00 ug、10.00 ug。

6.3.4.3 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在推荐的仪器工作条件（表2）与波长（表3）下，先用配制好的系列标准溶液（6.3.4.2）进行标准化，各杂质元素工作曲线相关系数不得小于0.999，再测定分析试液（6.3.4.1）和空白溶液（6.3.4.1）。仪器根据工作曲线，自动进行数据处理，输出各杂质元素质量浓度，计算海绵铂纯度（海绵铂纯度为100%减去各杂质元素实测总和的余量）。

表1 灼烧升温程序

|  |  |
| --- | --- |
| 温度℃ | 时间min |
| 室温～200 | 10 |
| 200～400 | 60 |
| 400 | 20 |
| 400～800 | 30 |
| 800 | 30 |

表2 推荐仪器工作条件

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 功率/W | 雾化室气流量/（L/min） | 观测高度/mm | 泵流量/（mL/min） | 等离子体流量/（L/min） | 辅助气体流量/（L/min） | 积分时间/s | 观测方式 |
| 1300 | 0.80 | 15 | 1.50 | 15 | 0.20 | 5 | 轴向 |

表3 推荐杂质元素分析线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 检测波长/nm | 元素 | 检测波长/nm |
| Pd | 340.458 | Al | 396.153 |
| Rh | 343.489 | Mg | 285.213 |
| Ir | 224.268，215.268 | Mn | 257.610 |
| Ag | 338.289，328.068 | Zn | 206.200 |
| Fe | 259.939 | Si | 251.611 |
| Ni | 231.604 | Au | 267.595 |
| Cu | 327.393 | Ru | 349.894 |
| Cr | 357.869 | Sn | 283.998，189.927 |
| Bi | 223.061 | Pb | 283.306，220.353 |
| 注：分析线根据仪器分辨率和共存元素干扰情况而确定。 |

7 试验数据处理

铂含量以铂的质量百分数*w*pt计，按公式（1）计算：

 ……………………………………………(1)

式中：

*m* —试料的质量，单位为克（g）；

*m*1——恒重后瓷坩埚的质量，单位为克（g）；

*m*2——灼烧后恒重海绵铂和瓷坩埚的质量，单位为克（g）；

η ——恒重后海绵铂的纯度，单位为%。

计算结果表示到小数点后二位。

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*）的情况下应不超过5%。重复性限（*r*）按表4数据采用内线性内插法求得。

表4 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*pt% | 52.80 | 55.92 | 58.32 |
| *r*/% | 0.10 | 0.11 | 0.13 |

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况下不超过5%。再现性限（*R*）按表5数据采用内线性内插法求得。

表5 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*pt% | 52.80 | 55.92 | 58.32 |
| *R*/% | 0.11 | 0.13 | 0.15 |

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；

——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。