ICS 77.120.99

H 68



YS/T ××××—202×

|  |
| --- |
|  |

铑炭化学分析方法

铑含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

**Methods for chemical analysis of rhodium-carbon—**

**Determination of rhodium content—**

**Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry**

**（讨论稿）**

202×－××－×× 发布　　　　　　　　　202×－××－×× 实施

中 华 人 民 共 和 国 工 业 和 信 息 化 部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：贵研铂业股份有限公司、贵研检测科技（云南）有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、金川集团股份有限公司、广东省工业分析检测中心、江西省汉氏贵金属有限公司、浙江微通催化新材料有限公司、福建紫金矿冶测试有限公司、徐州浩通新材料科技股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、西安凯立新材料股份有限公司。

本文件主要起草人：马媛、XXX、XXX

1. **铑炭化学分析方法**
2. **铑含量的测定**
3. **电感耦合等离子体原子发射光谱法**

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能

的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

警示——使用通氢还原炉时注意在室温先通一段时间氢气后再开始升温，加热结束时一直

通氢气冷却到室温再取出样品；使用微波消解仪时注意将消解管均匀放置在消解仪腔内(同一批

反应必须使用相同的酸，严禁使用高氯酸)。

1. 1 范围
2. 本文件规定了铑炭中铑含量的测定方法。
3. 本文件适用于铑炭中铑含量的测定。测定范围：Rh 0.100%～8.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期

的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括

所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 17684-2008 贵金属及其合金术语

GB/T 6682-2016 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

常规化学分析方法界定的术语和定义适用于本文件。

1. 4 原理
2. 试样经灼烧灰化后，加热通氢气还原，盐酸、双氧水介质密闭加热溶解；或者试样直接在王水介质用微波密闭加热消解。使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪在选定的条件下，测定试液中铑的质量浓度，计算铑含量。
3. 5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

1. 5.1 盐酸(ρ=1.19g/mL)。
2. 5.2 硝酸（ρ=1.42g/mL）。
3. 5.3 盐酸(1+9)。
4. 5.4 30%过氧化氢。
5. 5.5 氢氟酸（ρ=1.15g/mL）。

5.6 铑标准贮存溶液：准确称取0.1000 g金属铑（*ω*Rh≥99.95%）于聚四氟乙烯溶样罐中，加20 mL盐酸（5.1）与4 mL过氧化氢，于160℃～180℃烘箱中溶解48小时以上至溶解完全。取出溶样罐，冷至室温。开罐，转入200 mL烧杯中，盖上表面皿，置于电热板上加热至沸除去多余氯气。将溶液转移入100 mL容量瓶中，冷至室温。用水稀释至刻度。混匀。此溶液1 mL含1.00mg 铑。

1. 5.7 氩气（体积分数≥99.99%）。
2. 6 仪器设备
3. 电感耦合等离子体原子发射光谱仪（工作参数见附录A）。
4. 在仪器最佳工作条件下凡是能达到下列指标者均可使用：
5. ——光源：氩等离子体光源，发生器最大输出功率不小于1.30kW。
6. ——分辨率：200nm时光学分辨率不大于0.010nm；400nm时光学分辨率不大于0.020nm。
7. ——仪器稳定性：仪器1h内漂移不大于2.0%。
8. 7 样品
9. 样品制备均匀，粒度应不大于0.074mm。 在105℃±5℃烘干水分至恒重，置于干燥器中冷却至室温备用。
10. 8 试验步骤
11. 8.1 试料
12. 称取样品0.05g~0.2g，精确至0.0001g。
13. 8.2 测定次数
14. 独立地进行两次测定，取其平均值。
15. 8.3 空白试验
16. 随同试料做空白试验。
17. 8.4 测定

8.4.1 烧炭后烘箱密闭加热溶解：称取样品(8.1)置于干燥的石英舟。移入马弗炉中，稍开炉门，在有氧条件下于从室温缓慢升温至700℃±5℃灼烧0.5h，取出，冷却至室温。将石英舟置于石英管中，于管式电炉中，与氢气发生器连接后，从室温升温至800℃，同时通入氢气还原，800℃下保温0.5h。冷却。取出石英舟，将样品连同石英舟一起放入聚四氟乙烯溶样罐中，加15 mL盐酸（5.1），4mL过氧化氢，立即盖上罐内盖，旋紧外盖，放入烘箱中，于150 ℃±5 ℃下密闭加热10h以上。取出，冷却至室温。开罐将溶液全部转入200 mL烧杯中，置电热板上加热至沸除去多余氯气。将溶液移入100mL容量瓶中，冷却，用水稀释至刻度。摇匀后待测定。

1. 直接微波密闭加热消解：称取样品(8.1)置于微波消解管内，加入7mL现配的王水，1mL氢氟酸。适度拧紧盖子，将消解管均匀放置在消解仪腔内(同一批反应必须使用相同的酸，严禁使用高氯酸)。时间和温度设置工作参数见附表A.3。待消解仪操作结束泄压安全后，将溶液移入 100mL容量瓶中，冷却，用水稀释至刻度。摇匀后待测定。
2. 8.4.2 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在选定的仪器工作条件下，当工作曲线线性相关系数r≥0.9999，测量试液及随同试料空白中铑元素的谱线强度，从工作曲线上确定铑的质量浓度。
3. 8.5 工作曲线的绘制
4. 8.5.1 分别移取0mL、0.10mL、0.50mL、1.00mL、5.00mL、10.00mL铑标准溶液(5.6)于一组100mL容量瓶中，用盐酸(5.3)稀释至刻度。混匀。铑质量浓度分别为0.00、1.00 ug /mL、5.00 ug /mL、10.00 ug /mL、50.00 ug /mL、100.00 ug /mL。
5. 8.5.2 在推荐的仪器工作条件下，依次测定系列标准溶液和样品溶液中铑元素的谱线强度值，计算机自动绘制工作曲线并计算打印出测定结果。
6. 9 分析结果的计算
7. 按公式（1）计算铑的质量分数*w*Rh，数值以%表示：
8. *w*Rh＝…………………………………(1)
9. 式中：
10. ——试料溶液中铑元素的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
11. ——试料溶液的体积，单位为毫升（mL）；
12. ——试料的质量，单位为克（g）。
13. 计算结果保留三位有效数字。
14. 10 精密度
15. 10.1 重复性
16. 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大于重复性限(*r*)，大于重复性限(*r*)的情况不超过5％，重复性限(*r*)按表1数据采用线性内插法或外延法求得。
17. 表1 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 铑的质量分数/% | 0.297 | 1.93 | 6.60 |
| 重复性限*r*/% | 0.016 | 0.07 | 0.23 |

1. 10.2 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不大于再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表2数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 铑的质量分数/% | 0.297 | 1.93 | 6.60 |
| *R*/% | 0.024 | 0.18 | 0.30 |

1. 11 试验报告
2. 试验报告至少应给出以下几个方面的内容：
3. ——试验对象；
4. ——使用的标准（包括分布或出版年号）；
5. ——使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
6. ——分析结果及其表示；
7. ——与基本分析步骤的差异；
8. ——测定中观察到的异常现象；
9. ——试验日期。
10. 附 录 A
11. （资料性附录）
12. 使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定铑炭中的铑含量，以及使用微波消解试样，分别参照表A.1、表A.2和表A.3的工作条件。
13. 表A.1 仪器主要工作参数

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 |
| 1200 | 0.80 | 15 | 1.50 | 15 | 0.2 | 5 | 径向 |

1. 表A.2 推荐元素谱线

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | Rh | Rh |
| 波长/nm | 343.489 | 346.204 |

1. 表A.3 微波消解操作条件

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 时间（秒） | 开始温度（℃） | 结束温度（℃） |
| 1 | 300 | 50 | 120 |
| 2 | 120 | 120 | 120 |
| 3 | 300 | 120 | 150 |
| 4 | 300 | 150 | 150 |
| 5 | 300 | 150 | 185 |
| 6 | 2400 | 185 | 185 |