



中华人民共和国国家标准

GB/T 34499.2—2017

铱化合物化学分析方法 第2部分：银、 金、铂、钯、铑、钌、铝、铜、铁、镍、铅、 镁、锰、锡、锌、钙、钠、钾、硅的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of iridium compounds—Part 2: Determination of silver, gold, platinum, palladium, rhodium, ruthenium, aluminium, copper, iron, nickel, lead, magnesium, manganese, tin, zinc, calcium, sodium, potassium, silicon content—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2017-09-29 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 34499《铍化合物化学分析方法》共分为 2 个部分：

——第 1 部分：铍量的测定 硫酸亚铁电流滴定法；

——第 2 部分：银、金、铂、钯、铈、钇、铝、铜、铁、镍、铅、镁、锰、锡、锌、钙、钠、钾、硅的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 34499 的第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)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、有色金属技术经济研究院。

本部分参加起草单位：江西省汉氏贵金属有限公司、金川集团股份有限公司、贵金属冶炼厂、广东省工业分析检测中心。

本部分主要起草人：李秋莹、李立新、向磊、周世平、何姣、甘建壮、方海燕、孙祺、朱武勋、郁丰善、刘同银、刘天平、张发志、陈小兰。

铱化合物化学分析方法 第2部分：银、金、铂、钯、铑、钌、铝、铜、铁、镍、铅、镁、锰、锡、锌、钙、钠、钾、硅的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 34499 的本部分规定了铱化合物中银、金、铂、钯、铑、钌、铝、铜、铁、镍、铅、镁、锰、锡、锌、钙、钠、钾、硅的测定方法。

本部分适用于氯铱酸(H_2IrCl_6)、四氯化铱(IrCl_4)、三氯化铱(IrCl_3)中银、金、铂、钯、铑、钌、铝、铜、铁、镍、铅、镁、锰、锡、锌、钙、钠、钾、硅的测定。测定范围:0.001 0%~0.050%。

2 方法原理

氯铱酸、四氯化铱、三氯化铱试剂用稀盐酸于聚四氟乙烯烧杯中溶解。在稀盐酸介质中,使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪测定各元素的量。

3 试剂

除非另有说明,仅使用确认为优级纯的试剂和一级水或电阻率 $\geq 18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}^{-1}$ 的水。

3.1 氢氧化钾。

3.2 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)。

3.3 盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$)。

3.4 过氧化氢(30%,体积分数)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 铂标准储备溶液:称取 0.100 0 g 金属铂(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 6 mL 盐酸(3.3),2 mL 硝酸(3.2),盖上表面皿,低温加热溶解完全,移入 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.3),用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铂。

3.7 钯标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属钯(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 6 mL 盐酸(3.3),2 mL 硝酸(3.2),盖上表面皿,低温加热溶解完全,移入 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(3.3),用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钯。

3.8 铑标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 铑粉(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 50 mL 玻璃管中,加入 8 mL 盐酸(3.3),2 mL 过氧化氢(3.4),封管。在 150 °C 下溶解 48 h,冷却、开管。将管内试液用盐酸(3.5)洗入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铑。

3.9 钌标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 钌粉(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于硬质玻璃封管中,加入已用冰水冷却的 8 mL 盐酸(3.3)、2 mL 过氧化氢(3.4),立即用汽油喷灯火焰熔化硬质玻璃封管的管口并密封,置于钢管(两头开口)中,再置于烘箱中升温至 150 °C \pm 5 °C,恒温溶解 72 h。取出,冷却,置于冰箱中冷冻 2 h。取出,立即用石英砂划开硬质玻璃封管的管口,将管内试液用盐酸(3.5)洗入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钌。