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

二氯二氨钯化学分析方法

第2部分：银、金、铂、铑、铱、铅、镍、铜、铁、锡、铬量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of Dichlorodiammine palladium(Ⅱ) —

Determination of siliver、gold、platinum、rhodium、iridium、lead、

nickel、copper、iron、tin、chromium contents—

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(讨论稿)

前 言

YS/T XXXX 《二氯二氨钯化学分析方法》分为2个部分：

——第1部分：钯含量的测定 水合肼还原重量法

——第2部分：银、金、铂、铑、铱、铅、镍、铜、铁、锡、铬量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为YS/T XXXX 的第2部分。

本标准按照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：

本部分主要起草人：

二氯二氨钯化学分析方法

第2部分：银、金、铂、铑、铱、铅、镍、铜、铁、锡、铬量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

YS/T XXXX的本部分规定了二氯二氨钯中银、金、铂、铑、铱、铅、镍、铜、铁、锡、铬量的测定方法。

本部分适用于二氯二氨钯中银、金、铂、铑、铱、铅、镍、铜、铁、锡、铬量的测定，测定范围见表1。

表1 测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定范围/% | 元素 | 测定范围/% |
| Ag | 0.0001～0.020 | Ni | 0.0001～0.020 |
| Au | 0.0001～0.020 | Cu | 0.0001～0.020 |
| Pt | 0.0001～0.020 | Fe | 0.0001～0.020 |
| Rh | 0.0001～0.020 | Sn | 0.0001～0.020 |
| Ir | 0.0001～0.020 | Cr | 0.0001～0.020 |
| Pb | 0.0001～0.020 | - | - |

2 方法提要

试料用稀氨水溶解，用水合肼还原为海绵钯后，将溶液浓缩至近干，用盐酸和硝酸溶解，在酸性介质中，在电感耦合等离子体原子发射光谱仪选定的各被测元素最佳测定条件下，以标准曲线法测定试液中银、金、铂、铑、铱、铅、镍、铜、铁、锡和铬被测元素的质量浓度，计算试料中银、金、铂、铑、铱、铅、镍、铜、铁、锡和铬的含量。

3 试剂和材料

3.1 除非另有说明，在分析中使用确认为优级纯的试剂或更高纯度的试剂和分析实验室用二级水。

3.2 盐酸（*ρ* 1.19 g/mL）。

3.3 硝酸（*ρ* 1.42g/mL）。

3.4 氨水（*ρ* 0.90g/mL）。

3.5 水合肼（*ρ* 1.03g/mL）。

3.6 银标准贮存溶液：称取0.1000g金属银（*w*Ag≥99.99%）于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入5mL硝酸（3.3），盖上表面皿，加热溶解，冷却，移入100mL容量瓶中，加入70mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。摇匀。此溶液1mL含1000µg银。

3.7 金标准贮存溶液：称取0.1000g金属金（*w*Au≥99.99%）于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3mL盐酸（3.2），1mL硝酸（3.3），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。摇匀。此溶液1mL含1000µg金。

3.8 铂标准贮存溶液：称取0.1000g金属铂粉（*w*Pt≥99.99%）于100mL石英烧杯中，加入3mL盐酸（3.2），1mL硝酸（3.3），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加10mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。摇匀。此溶液1mL含1000µg铂。

3.9 铑标准贮存溶液：称取0.1000 g铑粉（*w*Rh≥99.99%）于50 mL玻璃管中，加入8 mL盐酸（3.2），2 mL过氧化氢，封管。在150℃下溶解48 h，冷却、开管。将管内试液洗入100 mL容量瓶中，加入10mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL含1000µg铑。

3.10 铱标准贮存溶液：称取0.1000g铱粉（*w*Ir≥99.99%），置于硬质玻璃封管中，加入已用冰水冷却的8 mL盐酸（3.2）、2 mL过氧化氢，立即用汽油喷灯火焰熔化硬质玻璃封管的管口并密封，置于盛有煤油的钢弹中，盖上内盖，旋紧外盖，再置于马弗炉中升温至300 ℃±5 ℃，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10mL盐酸（3.2）洗入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。摇匀。此溶液1 mL含1000µg铱。

3.11 铅标准贮存溶液：称取0.5000g金属铅（*w*Pb≥99.99％），置于200mL烧杯中，加入25mL硝酸（3.3）及25mL水，盖上表面皿，缓慢加热溶解，冷却，移入500mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg铅。

3.12 镍标准贮存溶液：称取0.5000g金属镍（*w*Ni≥99.99%）于200mL玻璃烧杯中，加入25mL硝酸（3.3）及25mL水中，低温加热使其溶解，取下，冷却，移入500mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg镍。

3.13 铜标准贮存溶液：称取0.5000g金属铜（*w*Cu≥99.99%）于200mL玻璃烧杯中，加入40mL硝酸（3.3），低温溶解，加热驱尽氮的氧化物，取下，冷却，移入500mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg铜。

3.14 铁标准贮存溶液：称取0.5000g金属铁（*w*Fe≥99.99%）于200mL玻璃烧杯中，加入20mL硝酸（3.3），低温溶解，加热驱尽氮的氧化物，取下，冷却，移入500mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg铁。

3.15 锡标准贮存溶液：称取0.1000g金属锡（*w*Sn≥99.99%）于100mL聚四氟乙烯烧杯中，加入3mL盐酸（3.2），0.3mL硝酸（3.3），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，补加10mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。摇匀。此溶液1mL含1000µg锡。

3.16 铬标准贮存溶液：称取0.2829g重铬酸钾（基准试剂）于100mL玻璃烧杯中，加入50mL水使其溶解，移入100mL玻璃容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1mL含1000µg铬。

3.17 银、金、铂、铑、铱、铅、镍、铜、铁、锡、铬混合标准贮存溶液：分别移取1mL标准贮存溶液（3.6～3.16）于100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度。此溶液1mL含10µg银、金、铂、铑、铱、铅、镍、铜、铁、锡和铬。

3.18 氩气（质量分数≥99.99%）

4 仪器

4.1 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：200nm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%。

各元素分析线的选择见表2。

表2 测定元素分析线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 检测波长/nm | 元素 | 检测波长/nm |
| Ag | 338.289 | Ni | 341.476 |
| Au | 267.595 | Cu | 327.393 |
| Pt | 265.945 | Fe | 259.939 |
| Rh | 343.489 | Sn | 189.927 |
| Ir | 224.268 | Cr | 206.158 |
| Pb | 283.306 | - | - |

5 试样

试样储存于塑料袋或塑料瓶中备用。

6 分析步骤

6.1 试料

称取1.0g试样，精确至0.0001g。

6.2 平行试验

平行做两次试验，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料（6.1）置于100mL烧杯中，加入20mL水与1.5mL氨水（3.4），于电炉或电热板上低温加热，使其完全溶解后，逐滴加入0.5mL水合肼（3.5），直至上层溶液澄清透亮。

6.4.2 浓缩烧杯内溶液，直至白烟冒出，取下稍冷。

6.4.3 加入15 mL盐酸（3.2）和5 mL硝酸（3.3），低温溶解烧杯内固体，直至烧杯底部无红色残渣，继续浓缩至溶液体积小于10mL。

6.4.4 加入5mL盐酸（3.2）驱尽氮的氧化物，取下冷却，移入50mL容量瓶内，以水稀释至刻度，摇匀。

6.4.5 采用电感耦合等离子体原子发射光谱仪，在选定的最佳仪器工作条件下，按选定的各元素的波长，测定银、金、铂、铑、铱、铅、镍、铜、铁、锡、铬各元素发射强度，减去试料空白试验溶液的强度，在工作曲线上查出银、金、铂、铑、铱、铅、镍、铜、铁、锡、铬各元素的质量浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 分别移取0mL、0.2mL、1.0mL、5.0mL、10.0mL、20.0mL、40.0mL混合标准贮存溶液（3.17）于一系列100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（3.2），以水稀释到刻度，摇匀。

6.5.2 在与测量试料溶液相同条件下，采用电感耦合等离子体原子发射光谱仪，在选定的最佳仪器工作条件下，按选定的各元素的波长，测定银、金、铂、铑、铱、铅、镍、铜、铁、锡、铬各元素发射强度，减去标准溶液中“零”浓度溶液的强度，以银、金、铂、铑、铱、铅、镍、铜、铁、锡、铬各元素浓度为横坐标，测定强度值为纵坐标，绘制工作曲线，工作曲线方程的相关系数不小于0.9995。

7 分析结果的计算

被测元素的含量以质量分数*w*Me计，按式（1）计算：

……………………………（1）

式中：

*ρ*—测得试料溶液中杂质元素的浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ0*—测得空白试液中杂质元素的浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V*—试料溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*—试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后四位。

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3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Ag/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *r*/% | 0.0003 | 0.0009 | 0.0012 |
| *w*Au/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *r*/% | 0.0005 | 0.0010 | 0.0015 |
| *w*pt/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *r*/% | 0.0004 | 0.0008 | 0.0013 |
| *w*Rh/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *r*/% | 0.0004 | 0.0009 | 0.0014 |
| *w*Ir/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *r*/% | 0.0006 | 0.0010 | 0.0015 |
| *w*Pb/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *r*/% | 0.0004 | 0.0009 | 0.0013 |
| *w*Ni/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *r*/% | 0.0003 | 0.0008 | 0.0012 |
| *w*Cu/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *r*/% | 0.0003 | 0.0007 | 0.0014 |
| *w*Fe/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *r*/% | 0.0005 | 0.0010 | 0.0016 |
| *w*Sn/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *r*/% | 0.0004 | 0.0011 | 0.0020 |
| *w*Cr/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *r*/% | 0.0005 | 0.0010 | 0.0016 |

8.2 再现性

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再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况下应不超过5%。再现性限（*R*）按表4数据采用线性内插法或外延法求得。

表4 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Ag/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *R*/% | 0.0005 | 0.0012 | 0.0015 |
| *w*Au/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *R*/% | 0.0006 | 0.0011 | 0.0019 |
| *w*pt/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *R*/% | 0.0006 | 0.0010 | 0.0018 |
| *w*Rh/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *R*/% | 0.0006 | 0.0012 | 0.0016 |
| *w*Ir/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *R*/% | 0.0006 | 0.0013 | 0.0021 |
| *w*Pb/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *R*/% | 0.0006 | 0.0012 | 0.0015 |
| *w*Ni/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *R*/% | 0.0006 | 0.0011 | 0.0020 |
| *w*Cu/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *R*/% | 0.0004 | 0.0009 | 0.0017 |
| *w*Fe/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *R*/% | 0.0007 | 0.0014 | 0.0020 |
| *w*Sn/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *R*/% | 0.0004 | 0.0012 | 0.0023 |
| *w*Cr/ % | 0.0005 | 0.0050 | 0.0150 |
| *R*/% | 0.0006 | 0.0011 | 0.0019 |

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。