



中华人民共和国国家标准

GB/T 33913.2—2017

三苯基膦氯化铑化学分析方法 第2部分： 铅、铁、铜、钯、铂、铝、镍、镁、锌量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Method for chemical analysis of tris(triphenylphosphine) rhodium(I) chloride—
Part 2: The determination of lead, iron, copper, palladium, platinum, aluminium,
nickel, magnesium, zinc content—Inductively coupled plasma atomic emission
spectrometry

2017-07-12 发布

2018-02-01 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 33913《三苯基膦氯化铑化学分析方法》分为 2 个部分：

——第 1 部分：铑量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第 2 部分：铅、铁、铜、钨、铂、铝、镍、镁、锌量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 33913 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、中国有色金属工业标准计量质量研究所、贵研检测科技(云南)有限公司。

本部分参加起草单位：广州有色金属研究院、北京矿冶研究总院、江西省汉氏贵金属有限公司、河南中原黄金冶炼厂有限责任公司、金川集团股份有限公司。

本部分主要起草人：方卫、李青、任传婷、向磊、王应进、吴庆伟、李光俐、熊晓燕、刘秋波、郁丰善、刘成祥、张发志。

三苯基膦氯化铯化学分析方法 第2部分： 铅、铁、铜、钡、铂、铝、镍、镁、锌量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

警告——使用高氯酸处理本有机物在用量和处理条件方面应严格按标准进行,做好个人防护,应避免发生爆炸。

1 范围

GB/T 33913 本部分规定了三苯基膦氯化铯中铅、铁、铜、钡、铂、铝、镍、镁、锌量的测定方法。

本部分适用于三苯基膦氯化铯及三苯基膦羰基氯化铯中铅、铁、铜、钡、铂、铝、镍、镁、锌量的测定,测定范围:0.001%~0.1%。

2 方法提要

试料用硝酸-高氯酸冒烟分解、盐酸与硝酸混合酸溶解,使用电感耦合等离子体原子发射光谱,于各元素所对应的波长处测量并计算其质量分数。

3 试剂和材料

除非另有说明,本部分中使用确认为优级纯的试剂和一级水或相当纯度的水。试验所用器皿均用稀王水溶液(3.4)充分浸泡后用水彻底清洗。

3.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.2 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.3 高氯酸($\rho=1.76$ g/mL)。

3.4 混合酸:三单位体积的盐酸(3.1)与一单位体积的硝酸(3.2)混合,用时现配。

3.5 盐酸(1+19)。

3.6 盐酸(1+9)。

3.7 硝酸(1+1)。

3.8 铅标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铅(质量分数 $\geq 99.99\%$)置 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.7),低温加热溶解完全,冷却至室温,用盐酸(3.6)移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1.000 mg 铅。

3.9 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铁(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 200 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(3.1),盖上表面皿,低温加热至溶解完全。冷却至室温,用盐酸(3.6)移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1.000 mg 铁。

3.10 铜标准贮存溶液:准确称取 0.100 0 g 金属铜(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 200 mL 烧杯中。加入 6 mL 硝酸(3.7),盖上表面皿,加热溶解完全。冷却至室温,用盐酸(3.6)移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1.000 mg 铜。

3.11 钡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属钡(质量分数 $\geq 99.99\%$)置 200 mL 烧杯中,加入 3 mL 盐酸