



中华人民共和国国家标准

GB/T 34499.1—2017

铱化合物化学分析方法 第 1 部分：铱量的测定 硫酸亚铁电流滴定法

Method for chemical analysis of iridium compounds—
Part 1: Determination of iridium content—
Electricity titration using ferrous sulfate

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》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：钡、铯、铂、钨、金、银、铝、铜、铁、镍、铅、镁、锰、锡、锌、钙、钠、钾、硅量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 GB/T 34499 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。

本部分主要起草人：杨梅英、陶赛祥、罗一江、向磊、金娅秋、钱彦林、邢银娟、甘建壮、任传婷、方卫、马媛、张荣梅、梁洁、赵文虎、刘霞、杨辉、杨晓滔、朱武勋、郁丰善、柴影、宋晓军、邓欣荣。

铱化合物化学分析方法

第 1 部分:铱量的测定

硫酸亚铁电流滴定法

1 范围

GB/T 34499 的本部分规定了铱化合物中铱量的测定方法。

本部分适用于氯铱酸(H_2IrCl_6)、三氯化铱(IrCl_3)、四氯化铱(IrCl_4)、氯铱酸铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{IrCl}_6]$ 、醋酸铱 $[\text{Ir}(\text{OAc})_3]$ 、乙酰丙酮铱($\text{IrC}_{15}\text{H}_{21}\text{O}_6$)中铱量的测定。测定范围:8%~60%。

2 方法原理

试料经硝酸、盐酸-过氧化氢处理成溶液,在盐酸和硫酸介质中,用硫酸亚铁标准滴定溶液滴定铱(IV),选定电位为+0.50 V,电流法指示终点。

3 试剂和材料试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和二级水。

- 3.1 氯酸钾(优级纯)。
- 3.2 盐酸($\rho=1.19\text{ g/mL}$)。
- 3.3 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。
- 3.4 过氧化氢(30%,体积分数)
- 3.5 硫酸(1+1)。
- 3.6 硫酸(4+96)。
- 3.7 氯化钠饱和溶液。
- 3.8 氯酸钠溶液(100 g/L)。
- 3.9 硫酸亚铁标准滴定溶液 $[c(\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O})\text{约 } 0.001\text{ mol/L}]$:

配制:称取 0.318 g 硫酸亚铁,溶于 1 000 mL 硫酸溶液(3.6)中,混匀。

标定:标定与试料的测定平行进行。

移取 10.00 mL 铱标准溶液 3 份,分别置于 100 mL 高型烧杯中,加 1 滴氯酸钠溶液(3.8),5 mL 盐酸(3.2),混匀,静置约 10 min。加 0.2 mL 氯化钠饱和溶液(3.7),5 mL 硫酸溶液(3.5),加水至总体积约 30 mL。插入吹气管,于吹气装置上以气流量约每杯 1 L/min 吹气 10 min。用约 10 mL 水冲洗吹气管和高型烧杯壁,再吹气 10 min。取下,溶液转入 150 mL 烧杯中。用约 5 mL 水冲洗吹气管和高型烧杯。重复 3 次。

在上述溶液中,插入铂指示电极和饱和甘汞电极,选定电位为+0.50 V。开动磁力搅拌器,先用硫酸亚铁标准滴定溶液(3.9)滴定至近终点时。再用微量滴定管滴定剩余的铱(IV)。以硫酸亚铁标准滴定溶液(3.9)的体积对应相应的电流值作图,将两直线外推,交点所对应的体积为滴定的终点。平行标定所消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液体积的极差应不超过 0.05 mL,取其平均值。

按式(1)计算硫酸亚铁标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{\rho_0 \cdot V_1}{V_2 \times 192.22} \dots\dots\dots (1)$$