

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 643—2007

水 合 三 氯 化 铑

Iridium (III) chloride hydrate

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布



前　　言

本标准的附录 A 和附录 B 为规范性附录。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准主要起草单位:有研亿金新材料股份有限公司、北京有色金属研究总院、贵研铂业股份有限公司。

本标准主要起草人:尚再艳、李茂良、朱晋、熊晓东、李娜、童坚、臧慕文。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准首次发布。

水合三氯化铱

1 范围

本标准规定了水合三氯化铱的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于化工催化剂及制备其他铱试剂用的水合三氯化铱。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 15072.6—1994 贵金属及其合金化学分析方法 铂、钯合金中铱量的测定

3 要求

3.1 化学成分

3.1.1 水合三氯化铱中的铱质量分数应为 54.0%~57.0%。

3.1.2 水合三氯化铱中的杂质元素质量分数应不大于表 1 的规定。

表 1

元素名称	Ca	Fe	Na	Cu	Mg	Pb	Mn	Al	Si	杂质元素总量
质量分数/% 不大于	0.01	0.01	0.01	0.005	0.005	0.005	0.005	0.005	0.01	0.1

3.2 溶解性

水合三氯化铱应溶于水、盐酸、乙醇。

3.3 外观

水合三氯化铱为绿色结晶。

4 试验方法

4.1 铱含量的测定:称取 0.05 g(精确至 0.000 1 g)试样,置于 100 mL 烧杯中,加入 16 mL 盐酸(1+1),低温加热溶解,加入 5 mL 硫酸(1+1)和 0.2 mL 氯化钠饱和溶液,冷却,将溶液移入 100 mL 量筒中,加水至约 35 mL,以下操作参照 GB/T 15072.6—1994 中 7.2.3~7.2.4 进行。

4.2 杂质元素含量的测定按附录 A 和附录 B 的规定进行。

4.3 溶解试验

4.3.1 称取 1 g 产品,精确到 0.01 g,用 10 mL 水溶解,溶液应澄清。

4.3.2 称取 1 g 产品,精确到 0.01 g,用 10 mL 乙醇溶解,溶液应澄清。

4.4 外观采用目视进行检查。

5 检验规则

5.1 检查和验收

5.1.1 产品应由供方技术监督部门进行检验,保证产品质量符合本标准(或订货合同)的规定,并填写

质量证明书。

5.1.2 需方应对收到的产品按本标准的规定进行检验,如检验结果与本标准(或订货合同)的规定不符合时,应在收到产品之日起3个月内向供方书面提出,由供需双方协商解决。如需仲裁,仲裁取样应由供需双方在需方共同进行。

5.2 组批

产品应成批提交验收,每批应由一次投料生产出的产品组成。

5.3 检验项目

每批产品应进行铱含量、杂质元素含量、溶解试验及外观的检验。

5.4 取样

5.4.1 产品化学成分分析、溶解试验的取样:同一批产品混合均匀,从不同部位取产品总量的1%~5%,但最少不少于10 g,再用四分法缩分至检验所需数量。

5.4.2 产品外观逐批检验。

5.5 检验结果判定

5.5.1 铱含量检验结果不合格时,判该批不合格。

5.5.2 杂质含量检验结果不合格时,判该批不合格。

5.5.3 溶解试验检验结果不合格时,判该批不合格。

5.5.4 外观检验结果不合格时,判该批不合格。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

在检验合格的产品上应注明:

- a) 供方名称;
- b) 产品名称;
- c) 铱含量;
- d) 批号;
- e) 产品净重;
- f) 生产日期。

6.2 包装、运输、贮存

6.2.1 包装

产品装入带有内盖的聚氯乙烯或聚丙烯塑料瓶中,严密封口,放入箱中进行中包装或外包装。包装单位(g/瓶):1,5,10,25,50,100,250,500,1 000。

6.2.2 运输

产品可以由供需双方协商采用铁路、公路、水路、航空等方式运输。

6.2.3 贮存

产品应存放于清洁干燥处,不得露天放置,严防淋雨受潮。

6.3 质量证明书

每批产品应附有质量证明书,注明:

- a) 供方名称、地址、电话、传真;
- b) 产品名称;
- c) 批号;
- d) 净重和件数;
- e) 各项分析检验结果和技术监督部门印记;
- f) 本标准编号;

g) 出厂日期(或包装日期)。

7 订货单(或合同)内容

本标准所列产品的订货单(或合同)内应包括下列内容:

- a) 产品名称;
- b) 银含量;
- c) 净重;
- d) 本标准编号;
- e) 其他。



附录 A
(规范性附录)

水合三氯化铱中微量杂质含量的测定 ICP-AES 法

A.1 范围

本附录规定了水合三氯化铱中微量杂质含量的测定方法。

本方法适用于水合三氯化铱中微量杂质元素 Ca、Fe、Cu、Mg、Pb、Mn、Al、Si 含量的测定。测定范围见表 A.1。

表 A.1

元素	质量分数/%
Cu、Mg、Pb、Mn、Al	0.002 5~0.01
Ca、Fe、Si	0.005~0.02

A.2 方法提要

试料以盐酸溶解。用基体匹配法进行电感耦合等离子体光谱测定。

A.3 试剂

A.3.1 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)，优级纯。

A.3.2 铱基体溶液：称取 2.000 0 g 纯水合三氯化铱 [$w(\text{IrCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}) \geq 99.99\%$]，置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 盐酸(1+1)，盖上表皿，低温加热溶解，冷却。将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 mg 水合三氯化铱。

A.3.3 铜标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 纯铜 [$w(\text{Cu}) \geq 99.95\%$]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(1+1)，盖上表皿，加热溶解并驱除氮的氧化物，冷却。将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铜。

A.3.4 镁标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 纯镁 [$w(\text{Mg}) \geq 99.95\%$]，置于 150 mL 烧杯中，缓缓加入 10 mL 盐酸(1+1)，盖上表皿，加热溶解，冷却。将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 镁。

A.3.5 铅标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 纯铅 [$w(\text{Pb}) \geq 99.95\%$]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(1+1)，盖上表皿，加热溶解并驱除氮的氧化物，冷却。将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铅。

A.3.6 锰标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 纯锰 [$w(\text{Mn}) \geq 99.95\%$]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 硫酸(1+4)，盖上表皿，加热溶解，冷却。将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 锰。

A.3.7 铝标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 纯铝 [$w(\text{Al}) \geq 99.95\%$]，置于聚乙烯烧杯中，加入 10 mL 水，1 g 氢氧化钾，盖上表皿，待其溶解完全后，用盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)慢慢中和至出现沉淀，并过量 5 mL，使其溶解，冷却。将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铝。

A.3.8 钙标准贮存溶液：称取 0.249 7 g 碳酸钙 [$w(\text{CaCO}_3) \geq 99.95\%$]，置于 150 mL 烧杯中，加入 10 mL 水，然后滴加盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)至完全溶解，再加 5 mL 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)，盖上表皿，煮沸除去二氧化碳，冷却。将溶液移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钙。

A.3.9 铁标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 纯铁 [$w(\text{Fe}) \geq 99.95\%$]，置于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 盐

酸(1+1), 盖上表皿, 加热溶解, 冷却。将溶液移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铁。

A.3.10 硅标准贮存溶液: 称取 0.000 1 g 单质硅 [$w(\text{Si}) \geq 99.95\%$], 置于聚四氟乙烯烧杯中, 加入 10 mL 水, 2.3 g 氢氧化钾, 盖上表皿, 低温加热溶解, 冷却。将溶液移入 100 mL 塑料容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀, 将溶液倒入塑料瓶中保存。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 硅。

A.3.11 标准级差溶液: 准确移取一定量各元素的标准贮存溶液(A.3.3~A.3.10), 用水逐级稀释, 并补充盐酸, 使溶液酸度为体积分数 5%。最后配制成质量浓度按表 A.2 所示的标准级差溶液, 其酸度为体积分数 5% HCl, 并使溶液的铱基体质量浓度为 $\rho(\text{IrCl}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}) = 2 \text{ mg/mL}$ 。

表 A.2

元素	质量浓度 $\rho/(\mu\text{g/mL})$			
	1	2	3	4
Cu、Mg、Pb、Mn、Al Ca、Fe、Si	0	0.050 0.10	0.10 0.20	1.0 2.0

A.4 仪器

电感耦合等离子体光谱仪。

仪器测定条件(参考): RF 功率 1 150 W; 载气压力 $2.2 \times 10^5 \text{ Pa}$; 冷却气流量 15 L/min; 辅助气流量 1.0 L/min; 观察高度(感应圈上方)15 mm; 进液泵速 1.85 mL/min。被测元素波长见表 A.3。

表 A.3

元素	波长/ nm	元素	波长/ nm
Cu	324.754	Al	167.081
Mg	279.553	Ca	393.366
Pb	220.353	Fe	240.488
Mn	257.610	Si	212.412

A.5 分析步骤

A.5.1 试料

称取试样 0.1 g, 精确至 0.000 1 g。

A.5.2 测定次数

独立地进行流出测定, 取其平均值。

A.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

A.5.4 测定

A.5.4.1 将试料(A.5.1)置于 50 mL 烧杯中, 加入 2.5 mL 盐酸(A.3.1)10 mL 水, 盖上表皿, 低温加热溶解, 冷却。将溶液移入 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

A.5.4.2 按仪器测定条件(A.4), 将标准级差溶液输入等离子体中激发, 制作工作曲线。输入空白试验溶液(A.5.3)和试料溶液(A.5.4.1), 测得空白试验溶液中和试料溶液中各被测元素的质量浓度。

A.6 分析结果的计算

按式(A.1)计算被测元素(Ca、Fe、Cu、Mg、Pb、Mn、Al、Si)的质量分数:

式中：

w_x ——被测元素的质量分数,单位为百分比(%)。

ρ_x —试料溶液中被测元素的质量浓度,单位为毫升每毫克($\mu\text{g/mL}$)。

ρ_0 ——空白试验溶液中被测元素的质量浓度,单位为毫升每毫克($\mu\text{g/mL}$)。

m—试料的质量,单位为克(g)。

A.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 A.4 所列允许差。

表 A. 4

元素	质量分数/ %	允许差/ %
Cu、Mg、Pb、Mn、Al	0.0025~0.005	0.001
	>0.005~0.010	0.002
Ca、Fe、Si	0.005~0.010	0.002
	>0.010~0.020	0.003

附录 B
(规范性附录)
水合三氯化镓中钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

B.1 范围

本附录规定了水合三氯化镓中钠含量的测定方法。

本方法适用于水合三氯化镓中钠含量的测定。测定范围:质量分数 0.005%~0.02%。

B.2 方法提要

试料用稀盐酸溶解。在盐酸介质中,以硫酸作消电离剂,用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 589.0 nm 处测量吸光度,以工作曲线法测得钠含量。

B.3 试剂

B.3.1 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$),优级纯。

B.3.2 硫酸(1+1),优级纯。

B.3.3 钠标准贮存溶液:称取 0.254 2 g 氯化钠于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 水,低温加热溶解,加入 2.5 mL 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$),冷却。将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钠。

B.3.4 钠标准溶液:移取 10.0 mL 钠标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中,加入 2.5 mL 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100.0 μg 钠。

B.3.5 钠标准溶液:移取 10.0 mL 钠标准溶液(B.3.4)于 100 mL 容量瓶中,加入 2.5 mL 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10.0 μg 钠。

B.4 仪器

原子吸收光谱仪,钠空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

- 特征质量浓度:在测量试料溶液的基体相一致的溶液中,钠的特征质量浓度应不大于 0.022 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。
- 精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。
- 工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.7。

B.5 分析步骤**B.5.1 试料**

称取试样 0.5 g,精确至 0.000 1 g。

B.5.2 测定次数

独立地进行流出测定,取其平均值。

B.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

B. 5. 4 测定

B.5.4.1 将试料(B.5.2)置于50 mL烧杯中,加入2.5 mL盐酸(B.3.1)10 mL水,盖上表皿,低温加热溶解,加入0.5 mL硫酸(1+1),冷却。将溶液移入50 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

B. 5.4.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 589.0 nm 处,以水调零,与系列标准溶液同时测量吸光度,减去空白试验(B. 5.3)溶液的吸光度,从工作曲线上查得相应的钠的质量浓度。

B.5.5 工作曲线的绘制

B.5.5.1 移取 0 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL 钠标准溶液(B.3.5)，分别置于 5 个 50 mL 容量瓶中，加入 2.5 mL 盐酸(B.3.1)，用水稀释至刻度，混匀。

B.5.5.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 589.0 nm 处,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度,减去“零”质量浓度溶液的吸光度,以钠的质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

B.6 分析结果的计算

按式(B.1)计算钠的质量分数:

式中：

w_{Na} ——钠的质量分数,单位为百分比(%)。

ρ_1 ——试料溶液中钠的质量浓度,单位为毫升每毫克($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——空白试验溶液中钠的质量浓度,单位为毫升每毫克($\mu\text{g/mL}$);

m——试料的质量,单位为克(g)。

B.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 B.1 所列允许差。

表 B. 1

钠的质量分数/%	允许差/%
0.005~0.010	0.002
>0.010~0.020	0.003

