ICS 77.120.99
H 15

中华人民共和国国家标准

GB/T 34609.1—2017

铑化合物化学分析方法
第1部分:铑量的测定
硝酸六氨合钴重量法

Method for chemical analysis of rhodium compounds—
Part 1:Determination of rhodium content—
Gravimetric method with hexaammine cobalt nitrate

2017-10-14 发布　　2018-05-01 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 34609《铑化合物化学分析方法》分为两部分：

——第1部分：铑量的测定　硝酸六氨合钴重量法；

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

本部分为GB/T 34609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：广东省工业分析检测中心、浙江省冶金研究院有限公司、郴州市产商品质量监督检验所、金川集团股份有限公司。

本部分主要起草人：陶赛祥、杨梅英、罗一江、向磊、王腾、钱彦林、金娅秋、邢银娟、杨辉、甘建壮、赵文虎、马媛、方卫、朱武勋、陈小兰、王芳、魏小娟、王淑淑、肖刘萍、周姣连、马玉萍、周智勇。

铑化合物化学分析方法
第1部分:铑量的测定
硝酸六氨合钴重量法

1 范围

GB/T 34609的本部分规定了铑化合物中铑量的测定方法。

本部分适用于硝酸铑($Rh(NO_3)_3$)、硫酸铑($Rh_2(SO_4)_3$)、三氯化铑($RhCl_3$)、碘化铑(RhI_3)、醋酸铑($C_6H_9O_6Rh$)、氯铑酸铵($(NH_4)_3RhCl_6$)、辛酸铑($[Rh(CH_3(CH_2)_6CO_2)_2]_2$)、乙酰丙酮铑($C_{15}H_{21}O_6Rh$)、三苯基膦氯化铑($[(C_6H_5)_3P]_3RhCl$)中铑量的测定。测定范围:5%～50%。

2 方法原理

试料经硝酸、盐酸、高氯酸预处理后,于聚四氟乙烯消化罐加盐酸-过氧化氢高温高压消解,在铑的氯络合物微酸性溶液中,用硝酸六氨合钴使铑呈复盐沉淀,重量法测定铑量。

3 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 亚硝酸钠。

3.2 硝酸(ρ=1.42 g/mL)。

3.3 盐酸(ρ=1.19 g/mL)。

3.4 无水乙醇(ρ=0.79 g/mL)。

3.5 乙醚(ρ=1.19 g/mL)。

3.6 高氯酸(70.0%～72.0%)。

3.7 过氧化氢(30%,体积分数)。

3.8 硝酸六氨合钴饱和溶液:称取17 g结晶硝酸六氨合钴,加300 mL水,加热溶解,用快速定性滤纸过滤后,稀释至1 000 mL。

3.9 硝酸六氨合钴洗液:取15 mL硝酸六氨合钴饱和溶液,加水稀释至500 mL。

注:硝酸六氨合钴制备方法见附录A。

4 设备

天平:感量0.01 mg。

5 试样

样品储存于密闭容器内,用时现称。