



中华人民共和国国家标准

GB/T 33913.1—2017

三苯基膦氯化铑化学分析方法 第 1 部分：铑量的测定 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 1: The determination of rhodium 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 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、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

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、金川集团股份有限公司、浙江省冶金研究院有限公司。

本部分主要起草人：方卫、李青、侯文明、向磊、杨晓滔、马媛、冯璐、陈小兰、史博洋、郁丰善、刘同银、魏晓娟。

三苯基膦氯化铯化学分析方法

第 1 部分:铯量的测定

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 的本部分规定了三苯基膦氯化铯中铯量测定的方法。
本部分适用于三苯基膦氯化铯中铯量测定。测定范围:0.5%~12%。

2 方法原理

试料采用硝酸、高氯酸在电热板上加热冒烟分解破坏有机物,再使用混合酸将铯转换为氯化铯水溶液,以钢为内标,电感耦合等离子体发射光谱仪进行测定,计算得到铯的质量分数。

3 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

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 过氧化氢(30%)。

3.5 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。

3.6 硝酸(1+1)。

3.7 盐酸(1+9)。

3.8 钢内标溶液:称取 0.100 0 g 金属钢(质量分数 $\geq 99.9\%$)置 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.6),低温加热溶解完全,冷却至室温,用水移入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1.000 mg 钢。

3.9 铯标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 铯粉(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 50 mL 特制硬质玻璃管中,加入 8 mL 盐酸(3.1),2 mL 过氧化氢(3.4),在汽油喷灯火焰上熔封玻璃管口,将玻璃管置于 300 °C 炉中溶解完全。冷却、开管。将管内试液用盐酸(3.7)洗入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.000 mg 铯。

3.10 铯标准溶液:取六个 100 mL 容量瓶,分别移取相应量的铯标准贮存溶液(3.9),各加入 1.00 mL 钢内标溶液(3.8)、10 mL 盐酸(3.1),用水稀释定容。混匀。得到铯含量分别为 5.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、25.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 及 60.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液。

3.11 氩气(体积分数 $\geq 99.99\%$)。