

ICS 77.120.99
CCS H15

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T ××××—202×

铑炭化学分析方法
铑含量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

Method for chemical analysis of rhodium carbon-

Determination of rhodium content-

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(报批稿)

202×-××-×× 发布

202×-××-×× 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：贵研铂业股份有限公司、贵研检测科技（云南）有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、金川集团股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、江西省汉氏贵金属有限公司、浙江微通催化新材料有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、徐州浩通新材料科技股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、西安凯立新材料股份有限公司。

本文件主要起草人：马媛、李玉萍、鲁瑞智、杨晓滔、左鸿毅、刘同银、戴云生、王应进、陈小兰、王红琴、朱武勋、黄丽霞、王冠群、张奇勋、奚红杰、张林娜、王飞、谭秀丽、周文茜、黄秋玲、郁丰善、郑永万、龙秀甲、巩伟龙、宋义运、黄萍、吴建华、熊晓燕、王俊莲、朱伟强、侯川、李娜、陶赛祥、崔静、潘丽娟。

铈炭化学分析方法

铈含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

警示——使用通氢还原炉时注意在室温先通一段时间氢气后再开始升温，加热结束时一直通氢气冷却到室温再取出样品；使用微波消解仪时注意将消解罐均匀放置在消解仪腔内（同一批反应必须使用相同的酸，严禁使用高氯酸）。

1 范围

本文件规定了铈炭中铈含量的测定方法。

本文件适用于铈炭中铈含量的测定。测定范围：0.100%~8.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料经灼烧灰化后，加热通氢气还原，于聚四氟乙烯溶样罐中，盐酸、双氧水介质烘箱加热溶解；或者样品直接在盐酸、硝酸、氢氟酸介质微波加热消解。使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪在选定的条件下，测定试液中铈的质量浓度，计算铈含量。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

5.1 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

5.2 硝酸 ($\rho=1.42$ g/mL)。

5.3 盐酸(1+9)。

5.4 混合酸：以1体积硝酸(5.2)、3体积盐酸(5.1)混合均匀，用时现配。

5.5 过氧化氢(30%)。

5.6 氢氟酸($\rho=1.15$ g/mL)。

5.7 铈标准贮存溶液：称取0.1000 g 金属铈($\omega_{\text{Rh}}\geq 99.95\%$)于聚四氟乙烯溶样罐中，加20 mL

盐酸(5.1)与4 mL过氧化氢(5.5),于160℃~180℃烘箱中溶解48h以上至溶解完全。取出溶样罐,冷至室温。开罐,将溶液转入200 mL烧杯中,盖上表面皿,置于电热板上加热至沸。取下,稍冷,将溶液转移入100 mL容量瓶中,冷至室温。用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1.00 mg铍。

5.8 铍标准溶液:移取10 mL铍标准贮存溶液(5.7)于100 mL容量瓶中,用盐酸(5.3)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100 μg铍。

5.9 氩气(体积分数≥99.99%)。

6 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪(工作参数见附录A)。

在仪器最佳工作条件下凡是能达到下列指标者均可使用:

——光源:氩等离子体光源,发生器最大输出功率不小于1.30kW。

——分辨率:200nm时光学分辨率不大于0.010 nm;400nm时光学分辨率不大于0.020nm。

——仪器稳定性:仪器1h内漂移不大于2.0%。

7 样品

样品制备均匀,粒度应不大于0.074 mm。在105℃±5℃烘干水分至恒重,置于干燥器中冷却至室温备用。

8 试验步骤

8.1 试料

按表1称取试料,精确至0.0001 g。

表1 试料量

铍的质量分数 %	烘箱加热称取试料 g	微波消解称取试料 g
0.100~1.00	0.2	0.1
>1.00~5.00	0.1	0.1
>5.00~8.00	0.05	0.05

8.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 样品溶解

8.4.1.1 灼烧灰化烘箱加热溶解:称取样品(8.1)置于干燥的石英舟。将盛有样品的石英舟置于马弗炉中,稍开炉门,在有氧条件下于室温缓慢升温至700℃±5℃灼烧0.5 h,取出,冷却至室温。将石英舟置于石英管,于管式电炉中,与氢气发生器连接后,从室温升温至800℃,同时通入氢气还原,于800℃下保温0.5h。冷却。取出石英舟。将样品连同石英舟一起放入聚四氟乙烯溶样罐中,加入15 mL盐酸(5.1)、4 mL过氧化氢(5.5)后,立即盖上罐内盖,旋紧外盖,放入烘箱中,于150℃±5℃下加热10 h以上。取出,冷却至室温。开罐后将溶液转入200 mL烧杯中,置于电热板上加热至沸并保持10 min。取下,稍冷,将溶液移入100 mL容量瓶中,冷却,用水稀释至刻度。摇匀后待测定。

8.4.1.2 微波加热消解:称取样品(8.1)置于微波消解罐内,加入6 mL盐酸(5.1)、2 mL硝酸(5.2)和1 mL氢氟酸(5.6)。适度拧紧盖子,将消解罐均匀放置在消解仪腔内。时间和温

度设置工作参数见附录 A 中表 A.3。待消解仪操作结束泄压安全后，将溶液移入 100 mL 容量瓶中，冷却，用水稀释至刻度。摇匀后待测定。

8.4.2 样品测定

于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，参考附录 A 中表 A.1、表 A.2 进行条件优化后设定参数，当工作曲线线性相关系数 $r \geq 0.9999$ 时，测量试液及随同试料空白中铈元素的谱线强度，从工作曲线上确定铈的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 分别移取 0 mL、1.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、50.0 mL 铈标准溶液(5.8)于一组 100 mL 容量瓶中，移取 10.0 mL 铈标准溶液（5.7）于一个 100 mL 容量瓶中，用盐酸(5.3)稀释至刻度。混匀。铈质量浓度分别为 0.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、100.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，组成系列标准溶液。

8.5.2 在推荐的仪器工作条件下，依次测定系列标准溶液和样品溶液中铈元素的谱线强度值，计算机自动绘制工作曲线并计算打印出测定结果。

9 试验数据处理

按公式（1）计算铈的质量分数 w_{Rh} ，数值以%表示：

$$w_{\text{Rh}} = \frac{\rho \cdot V \cdot 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ ——试料溶液中铈元素的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

V ——试料溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留三位有效数字。

10 精密度

10.1 重复性

精密度数据是2020年由10家实验室对3个铈含量不同的水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的铈含量在重复条件下独立测定7~11次。测量的原始数据见附录B。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，按GB/T 6379.2中的方法计算重复性限。在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）的情况不超过5%，重复性限（ r ）按以下表2数据采用线性内插法或外延法求得：

表2 重复性限

铈的质量分数/%	0.297	1.93	6.60
$r/\%$	0.016	0.07	0.23

10.2 再现性

精密度数据是2020年由10家实验室对3个铈含量不同的水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的铈含量在重复条件下独立测定7~11次。测量的原始数据见附录B。在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，按GB/T 6379.2中的方法计算再现性限。在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）的情况不超过5%，再现性限（ R ）按以下表3数据采用线性内插法或外延法求得：

表3 再现性限

铈的质量分数/%	0.297	1.93	6.60
$R/\%$	0.024	0.18	0.30

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A

(资料性)

推荐的仪器工作条件

使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定铈炭中的铈含量，以及使用微波消解试样，分别推荐参照表 A.1、表 A.2 和表 A.3 的工作条件。

表 A.1 仪器主要工作参数

功率 W	雾化室气流量 L/min	观测高度 mm	泵流量 mL/min	等离子体流量 L/min	辅助气体流量 L/min	积分时间 s	观测 方式
1200	0.80	15	1.50	15	0.2	5	径向

表 A.2 推荐元素谱线

元素	Rh	Rh
波长 nm	343.489	346.204

表 A.3 微波消解操作条件

序号	时间 s	开始温度 ℃	结束温度 ℃
1	300	50	120
2	120	120	120
3	300	120	150
4	300	150	150
5	300	150	185
6	2400	185	185

附录 B

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据是在 2020 年多家实验室对铈含量的 3 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的铈含量在重复性条件下独立测定。测量的原始数据见表 B.1。

表 B.1 精密度试验原始数据

水平一														
实验室	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	均值	SD	RSD
1	0.295	0.297	0.305	0.298	0.298	0.303	0.300	0.306	0.297	0.296	0.302	0.300	0.003	1.25
2	0.317	0.312	0.301	0.312	0.315	0.305	0.312	0.319	0.304	0.311	0.324	0.312	0.007	2.18
3	0.309	0.301	0.307	0.295	0.298	0.288	0.299	0.308	0.308	0.306	-	0.302	0.007	2.30
4	0.291	0.283	0.294	0.296	0.292	0.298	0.301	0.295	0.289	0.292	0.295	0.293	0.005	1.63
5	0.308	0.296	0.291	0.288	0.287	0.290	0.293	0.282	0.308	0.297	0.304	0.295	0.009	2.94
6	0.289	0.275	0.298	0.296	0.297	0.300	0.303	0.285	0.301	0.286	0.294	0.293	0.008	2.89
7	0.292	0.287	0.290	0.285	0.287	0.291	0.285	-	-	-	-	0.288	0.003	0.99
8	0.295	0.294	0.284	0.302	0.296	0.292	0.285	0.301	0.298	0.297	0.300	0.295	0.006	2.02
9	0.302	0.299	0.305	0.300	0.301	0.302	0.298	0.301	0.306	0.303	0.300	0.302	0.002	0.80
10	0.292	0.293	0.294	0.293	0.298	0.292	0.291	0.293	0.295	0.294	0.298	0.294	0.002	0.80
水平二														
实验室	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	均值	SD	RSD
1	1.910	1.900	1.899	1.910	1.905	1.897	1.897	1.867	1.868	1.904	1.919	1.898	0.016	0.86
2	2.108	2.058	1.953	2.18	1.969	2.069	2.02	1.889	2.022	2.058	2.178	2.046	0.090	4.39
3	1.915	1.896	1.893	1.911	1.911	1.895	1.897	1.899	1.895	1.911	1.916	1.904	0.009	0.48
4	1.876	1.865	1.896	1.887	1.905	1.852	1.836	1.854	1.863	1.871	1.822	1.866	0.025	1.33
5	1.884	1.848	1.861	1.935	1.981	1.946	1.894	1.949	1.862	1.876	1.891	1.902	0.043	2.28
6	1.991	1.978	2.006	1.985	1.983	1.907	1.914	1.941	1.985	1.926	1.946	1.960	0.034	1.75
7	1.852	1.905	1.865	1.889	1.905	1.863	1.853	1.877	1.915	1.904	1.884	1.883	0.023	1.20
8	1.814	1.81	1.84	1.814	1.85	1.801	1.832	1.86	1.805	1.87	1.82	1.829	0.023	1.28
9	1.933	1.945	1.936	1.927	1.919	1.932	1.948	1.924	1.93	1.937	1.926	1.932	0.009	0.45
10	2.048	2.039	2.028	2.039	2.041	2.055	2.012	2.025	2.042	2.027	2.011	2.033	0.014	1.54
水平三														
实验室	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	均值	SD	RSD
1	6.609	6.575	6.594	6.557	6.550	6.533	6.402	6.627	6.575	6.689	6.815	6.593	0.102	1.55
2	6.902	6.807	6.778	6.748	6.744	6.852	6.725	6.798	6.833	6.798	6.896	6.807	0.059	0.87
3	6.565	6.563	6.572	6.571	6.581	6.558	6.552	6.579	6.549	6.562	6.562	6.565	0.010	0.15
4	6.435	6.344	6.506	6.458	6.561	6.503	6.557	6.389	6.455	6.331	6.406	6.450	0.078	1.21
5	6.769	6.567	6.635	6.736	6.702	6.822	6.771	6.739	6.469	6.641	6.525	6.671	0.113	1.69
6	6.393	6.588	6.411	6.730	6.595	6.405	6.449	6.529	6.569	6.790	6.813	6.570	0.153	2.33
7	6.582	6.482	6.562	6.485	6.572	6.447	6.503	6.610	6.538	6.546	6.559	6.535	0.050	0.76
8	6.522	6.409	6.535	6.309	6.490	6.377	6.503	6.900	6.550	6.410	6.605	6.510	0.156	2.39
9	6.635	6.648	6.681	6.629	6.647	6.657	6.649	6.63	6.673	6.662	6.664	6.652	0.017	0.26
10	6.650	6.586	6.622	6.641	6.589	6.591	6.582	6.582	6.611	6.632	6.575	6.606	0.027	0.40