



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 发布
中国国家标准化管理委员会

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、钌、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：

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

GB/T 34499.1—2017

式中：

- c —— 硫酸亚铁标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- ρ_0 —— 铈标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V_1 —— 移取铈标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 —— 标定时,滴定铈标准溶液所消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 192.22 —— 铈的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

3.10 铈标准溶液

称取 0.10 g 铈粉(质量分数 $\geq 99.99\%$),精确至 0.000 1 g。于 50 mL 高温高压消解管中,加入 10 mL 盐酸(3.2),700 mg 氯酸钾(3.1)置于气体反应支架内,气体反应支架置于消解管中,于 300 °C 溶解至少 6 h。将管内试液移入 200 mL 容量瓶中,加入 100 mL 盐酸(3.2),用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 铈。

4 设备

4.1 天平,感量 0.01 mg。

4.2 电流滴定装置包含如下仪器：

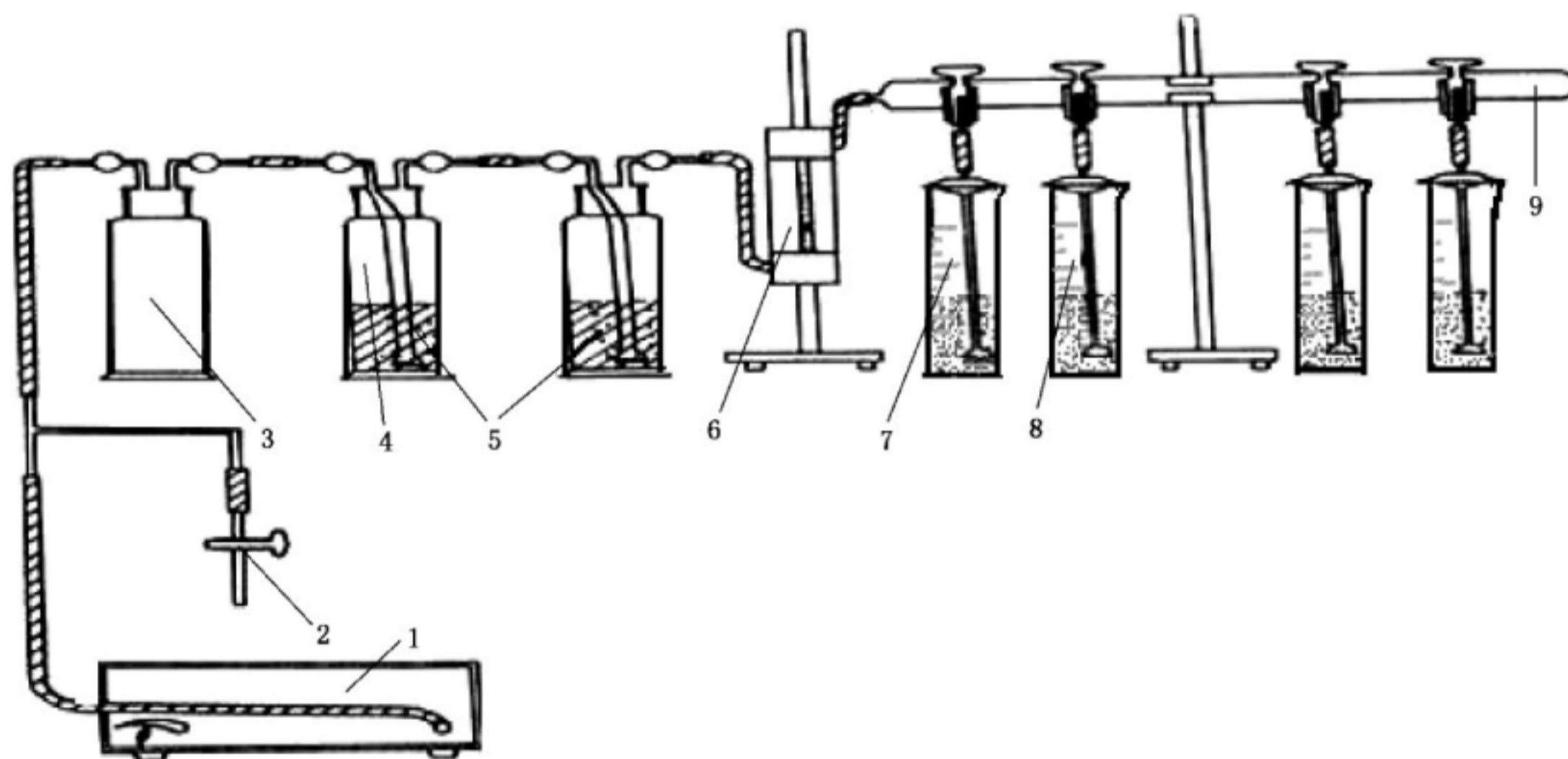
- a) 恒电位仪(给定电位: $-3\text{ V} \sim +3\text{ V}$; 测量范围: $\pm 1\text{ PA} \sim 20\text{ }\mu\text{A}$; 量程: $200\text{ }\mu\text{A} \sim 20\text{ nA}$)。
- b) 指示电极: 铂电极。
- c) 参比电极: 饱和氯化钾甘汞电极。
- d) 磁力搅拌器。

4.3 聚四氟乙烯消化罐。

4.4 烘箱。

4.5 高温高压消解仪。

4.6 吹气装置:如图 1 所示。



说明：

- 1——无油气体压缩机；
- 2——二通玻璃活塞；
- 3——安全瓶；
- 4——洗气瓶(500 mL)；
- 5——重铬酸钾-硫酸洗涤液；
- 6——空气流量计(10 L/min~15 L/min)；
- 7——高型烧杯(100 mL)；
- 8——吹气管,末端有 6 个小孔；
- 9——玻璃管($\phi = 20\text{ mm}$)。

图 1 吹气装置示意图

5 试样

样品储存于密闭容器内,用时现称。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量

铈的质量分数/%	称样量/g
8.00~20.00	0.50
>20.00~40.00	0.15
>40.00~60.00	0.10

6.2 测定次数

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 试样的溶解

6.4.1.1 将试料(四氯化铈、氯铈酸、三氯化铈、氯铈酸铵)置于聚四氟乙烯消化罐中,加 20 mL 盐酸(3.2),5 mL 过氧化氢(3.4),置于烘箱中于 150 °C ± 5 °C 加热消解 5 h,取出,冷却。

6.4.1.2 将试料(醋酸铈和乙酰丙酮铈)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(3.3)处理至有机物破坏完全(溶液清亮无渣),蒸至体积为 1 mL 时,加入 5 mL 盐酸(3.2),重复 2 次,小体积后将溶液用 20 mL 盐酸(3.2)转入聚四氟乙烯消化罐中,再加入 5 mL 过氧化氢(3.4),置于烘箱中于 150 °C ± 5 °C 加热消解 5 h,取出,冷却。

6.4.1.3 将试液(6.4.1.1)、(6.4.1.2)分别转入 100 mL 容量瓶中,冷却至室温,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 试液的处理

移取 10.00 mL 试液(6.4.1.3)于 100 mL 高型烧杯中,加 5 mL 盐酸(3.2)、5 mL 硫酸(3.5)和 0.2 mL 氯化钠饱和溶液(3.7),加水至体积约 30 mL。

6.4.3 吹气

于试液(6.4.2)中,插入吹气管,在吹气装置上吹气。先吹气 10 min,用约 10 mL 水冲洗高型烧杯壁和吹气管,再吹气 10 min,取下。试液转入 150 mL 烧杯中,用约 5 mL 水冲洗吹气管和高型烧杯,重复 3 次。

6.5 滴定

将试液(6.4.3)置于电流滴定装置上,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铈(IV)。

GB/T 34499.1—2017

以硫酸亚铁标准滴定溶液(3.9)的体积对相应的电流值作图,将两直线外推,交点所对应的体积为滴定的终点。

7 分析结果的计算与表述

按式(2)计算铈的质量分数 w_{Ir} ,数值以%表示:

$$w_{\text{Ir}} = \frac{c \cdot (V_5 - V_0) \cdot V_3 \times 192.22 \times 10^{-3}}{m_0 \cdot V_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- c ——硫酸亚铁标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_5 ——滴定试液所消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——滴定空白所消耗的硫酸亚铁标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_3 ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试料的质量,单位为克(g);
- V_4 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);
- 192.22 ——铈的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

所得结果应表示至小数点后第二位。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,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/%	10.15	35.18	54.27
重复性限 r /%	0.07	0.15	0.20

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表3所列允许差。

表3 允许差

铈的质量分数/%	允许差/%
8.00~20.00	0.10
>20.00~30.00	0.15
>30.00~40.00	0.20
>40.00~50.00	0.25
>50.00~60.00	0.30

9 试验报告

试验报告包括以下内容：

- 试样；
 - 使用的标准(包括发布或出版年号)；
 - 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。
-

中华人民共和国
国家标准
铌化合物化学分析方法
第1部分：铌量的测定
硫酸亚铁电流滴定法
GB/T 34499.1—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址：www.spc.org.cn

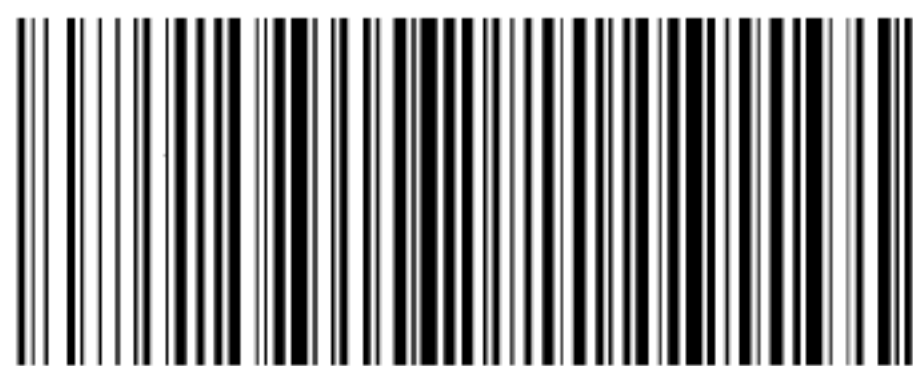
服务热线：400-168-0010

2017年10月第一版

*

书号：155066·1-58278

版权专有 侵权必究



GB/T 34499.1—2017