

货物交接清单

项目名称：郑州大学化学学院原材料采购项目

项目编号：郑大竞争性谈判-2020-76

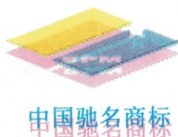
序号	货物名称	生产厂家	规格型号	单位	数量
1	海绵铂	贵研铂业股份有限公司	SM-Pt 99.95%	克	4000

货物签收人：刘仲毅

签收日期：2020.12.2

供货方：河南威迪仪器设备有限公司

供货方送货人：陈瑞瑞



贵研铂业股份有限公司

Sino-Platinum Metals Co., Ltd.
中国贵金属的摇篮—始于1938年

贵研铂业股份有限公司环境材料事业部产品装箱单

客户名称：河南威迪				合同号：SPM-2009772			
产品名称：海绵铂				产品批号：201128107028			
包装规格：1000 克/瓶				红笔			
数量：4000 克				出厂日期：20201130			
生产日期：20201128							
编 号	包 装 重 克/瓶	净 重 (克)	包 装 后 总 重 (克)	编 号	包 装 重 克/瓶	净 重 (克)	包 装 后 总 重 (克)
1#	165.34	1000	1165.34	2#	165.35	1000	1165.35
3#	165.33	1000	1165.33	4#	165.30	1000	1165.30

第 1 页 共 1 页

装箱人：梁明 复核：月30 日期：2020.11.30

地址：云南省昆明市高新技术产业开发区科技路 988 号
传真：0871-68329499 或 68329169

邮编：650106
客户服务：熊娟 电话：0871-68328752

参数测试结果报告

合同要求具体技术参数

测试数据参数

测试结果

1. 海绵铂为 SM-Pt 99.95%，要求符合 GB/T 1419-2015 标准。

YM201103Pt-334#		Pt-20103-19326			
分析元素	分析结果%	分析元素	分析结果%	分析元素	分析结果%
Pd	0.0016	Si	<0.001		
Rh	<0.0005	Zn	<0.0005		
Ir	<0.0005	Ca	0.0028		
Ru	<0.0005	Sb	<0.001		
Au	<0.0005	Mo	<0.0005		
Ag	<0.0005	Na	<0.001		

1. 海绵铂为 SM-Pt 99.95%，要求符合 GB/T 1419-2015 标准。

合格

后附分析报告复印件

2. 海绵铂原料不得来源于回收。（供货时需提供原料来源证明文件。）

2. 海绵铂原料非来源于回收。（提供厂家贵研铂业有限公司来源证明文件。）
后附生产厂家证明原件

合格

3. 提供铂溶解的技术指导。

3. 提供铂溶解的技术指导。
后附生产厂家关于氯铂酸的制备方法指导文件

合格

用户代表确认签字：

刘伟

日期：2020.12.7

贵研铂业股份有限公司

光谱分析报告(一) N201103-029

委托单位: 库房 李维				化验单位: 化学二部	
样品名称: 铂		样品形式: 粉末		来样日期: 2020.11.3	
测定要求: 杂质定量			完成日期: 2020年11月10日		
YM201103Pt-334#		Pt-201103-193326			
分析元素	分析结果%	分析元素	分析结果%	分析元素	分析结果%
Pd	0.0016	Si	<0.001		
Rh	<0.0005	Zn	<0.0005		
Ir	<0.0005	Ca	0.0028		
Ru	<0.0005	Sb	<0.001		
Au	<0.0005	Mo	<0.0005		
Ag	<0.0005	Na	<0.001		
Al	<0.0005				
Bi	<0.001				
Cr	<0.0005				
Cu	<0.0005				
Fe	0.0015				
Ni	<0.0005				
Pb	<0.0005				
Sn	<0.001				
Ti	<0.0005				
Mg	<0.0005				
Mn	<0.0005				
备注	急样! 此样为灰色海绵状金属, 无目视夹杂物。				
检测依据: GB/T 1419-2015 附录 A					

根据检验结果, 符合标准 GB/T 1419-2015
 中 Pt 99.95% 的纯度要求。
 质管组: 张丽君 2020年11月10日

样品与标准偏差为 0.085%
 符合标准要求 (不大于 0.10%),
 外观合格。

审核人: 张媛

分析人: 何姣 孙祺 方海燕

贵研铂业股份有限公司

光谱分析报告 N201103-029

委托单位:		库房 (李维)	
样品名称:		铂粉 Pt-201103-193326	
测定要求:		烧损	
来样日期	2020 年 11 月 3 日	完成日期	2020 年 11 月 5 日
样品编号		分析元素	分析结果 %
YM 201103Pt-334#		烧损	0.085
备 注			
检测依据		GB/T 1419-2015 附录 B	

审核人: 何姣

分析人: 徐 光 汪原伊

海绵铂原料非来源于回收的说明

致郑州大学化学学院：

兹有河南威迪仪器设备有限公司代表我司参与郑州大学化学学院原材料采购项目（采购编号：郑大竞争性谈判-2020-76）竞标，并于2020年11月26日从我司采购4公斤海绵铂，在此说明我司针对此单提供的4公斤海绵铂各项指标符合GB/T 1419-2015中SM-Pt 99.95的标准，且该批料来源于我司采购的铂锭加工而成。

特此说明！

贵研铂业股份有限公司

2020年11月30日



氯铂酸的制备方法

制备步骤如下：

1. 海绵铂的溶解：将金属铂放入玻璃烧杯（反应釜）中，加入浓度为 30% 的盐酸与浓度为 96% 硝酸的混合液，加热至 170~190℃，待金属铂完全分解，得到溶液 A；
2. 赶硝：向溶液 A 中持续加入浓度为 30% 的盐酸，加热至 140~155℃，至无黄色气体，得到溶液 B；
3. 氯铂酸晶体制备：将溶液 B 过滤后，加热浓缩，温度控制在 75~80℃，再加盐酸以及双氧水，继续浓缩至红褐色小颗粒，即为氯铂酸晶体。

仅供郑州大学化学学院原材料采购项目
供应商资质审核使用

ICS 77.150.99
H 68



中华人民共和国国家标准

GB/T 1419—2015
代替 GB/T 1419—2004

海绵铂

Sponge platinum

2015-09-11 发布

2016-04-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 1419—2004《海绵铂》。本标准与原标准相比,主要技术变化如下:

- 修改海绵铂产品牌号 SM-Pt 99.95 中 Pb 杂质元素含量由 0.005% 为 0.003%;
- 删去非必测杂质元素钙的要求(见 2004 年版表 1);
- 增加海绵铂产品灼烧损失量的允许范围(见 3.2.3);
- 删去原附录 A 中采用普通发射光谱法测定铂中的杂质元素改为引用 YS/T 361;
- 附录 A 电感耦合等离子体发射光谱法测杂质方法中扩大了铅、铋、锡和钨等四个杂质元素含量检测范围;
- 附录 B 增加氢还原重量法测定海绵铂灼烧损失量的要求。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准起草单位:贵研铂业股份有限公司、徐州浩通新材料科技股份有限公司、有色金属技术经济研究院、贵研资源(易门)有限公司。

本标准主要起草人:韩守礼、贺小塘、夏军、向磊、索永喜、谭文进、郭俊梅、刘文、李勇、吴喜龙、王欢、赵雨、朱武勋、刘伟、何姣、甘建壮、李光俐、马王蕊、朱利亚。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 1419—1978、GB/T 1419—1989、GB/T 1419—2004。

海 绵 铂

1 范围

本标准规定了海绵铂的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存、质量证明书及订货单(或合同)内容。

本标准适用于海绵铂产品。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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。

YS/T 361 纯铂中杂质元素的发射光谱分析

3 要求

3.1 产品分类

海绵铂按铂的含量分为 3 个牌号:SM-Pt 99.99、SM-Pt 99.95、SM-Pt 99.9。

3.2 化学成分和灼烧损失量

3.2.1 海绵铂化学成分应符合表 1 的规定。

表 1

%

牌号		SM-Pt 99.99	SM-Pt 99.95	SM-Pt 99.9
铂含量 $\geq$		99.99	99.95	99.9
杂质元素含量 $\leq$	Pd	0.003	0.01	0.03
	Rh	0.003	0.02	0.03
	Ir	0.003	0.02	0.03
	Ru	0.003	0.02	0.04
	Au	0.003	0.01	0.03
	Ag	0.001	0.005	0.01
	Cu	0.001	0.005	0.01
	Fe	0.001	0.005	0.01
	Ni	0.001	0.005	0.01
	Al	0.003	0.005	0.01
	Pb	0.002	0.003	0.01
	Mn	0.002	0.005	0.01
	Cr	0.002	0.005	0.01
	Mg	0.002	0.005	0.01
	Sn	0.002	0.005	0.01
	Si	0.003	0.005	0.01
	Zn	0.002	0.005	0.01
	Bi	0.002	0.005	0.01
杂质含量的总量 $\leq$		0.01	0.05	0.10
注：本标准未规定的元素控制限及分析方法，由供需双方共同协商确定。				

3.2.2 铂的含量为 100%减去表 1 中杂质元素实测总和的余量。

3.2.3 海绵铂灼烧损失量均应不大于 0.10%。

3.3 外观

海绵铂为灰色海绵状金属，无目视可见的夹杂物及氧化色。

4 试验方法

4.1 海绵铂 SM-Pt 99.9 化学成分分析按附录 A 的规定进行。SM-Pt 99.99 和 SM-Pt 99.95 化学成分分析按 YS/T 361 或附录 A 的规定进行，仲裁按 YS/T 361 的规定进行。

4.2 海绵铂灼烧损失量分析方法按附录 B 的规定进行。

4.3 海绵铂中外来夹杂物采用目视检查。

5 检验规则

5.1 检查和验收

5.1.1 海绵铂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及订货单(或合同)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及订货单(或合同)的规定不符时,应在收到产品之日起3个月内向供方提出,由供需双方协商解决。如需仲裁,仲裁取样由供需双方共同进行。

5.2 组批

海绵铂应成批提交验收,每批应由同一牌号组成。

5.3 检验项目

每批海绵铂产品应进行化学成分、外观质量和灼烧损失量的检验。

5.4 取样和制样

5.4.1 化学成分的仲裁取样、制样,应从该批产品中随机取三份占总量1%左右的试料,分别混匀后,以四分法缩分至试样所需重量。

5.4.2 灼烧损失量的仲裁取样、制样,应从该批产品中随机取三份占总量1%左右的试料,分别混匀后,以四分法缩分至试样所需重量。

5.4.3 产品外观质量逐件检验。

5.5 检验结果判定

5.5.1 化学成分仲裁分析结果与本标准规定不符时,判该批不合格,或重定牌号。

5.5.2 灼烧损失量仲裁分析结果与本标准规定不符时,由供需双方共同协商确定。

5.5.3 外观质量与本标准不符时,判该件不合格。

6 标志、包装、运输、贮存及质量证明书

6.1 标志

在检验合格的产品上注明:

- a) 供方名称;
- b) 产品名称、牌号、批号;
- c) 产品净重、毛重;
- d) 出厂日期。

6.2 包装、运输、贮存

6.2.1 包装

海绵铂产品装入带有塑料密封盖的塑料瓶中,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、20、50、100、250、500、1 000。

6.2.2 运输

产品可以采用铁路、公路、水路、航空等方式运输。

6.2.3 贮存

产品贮存条件应符合：

- a) 无腐蚀性物质；
- b) 不污染产品。

6.3 质量证明书

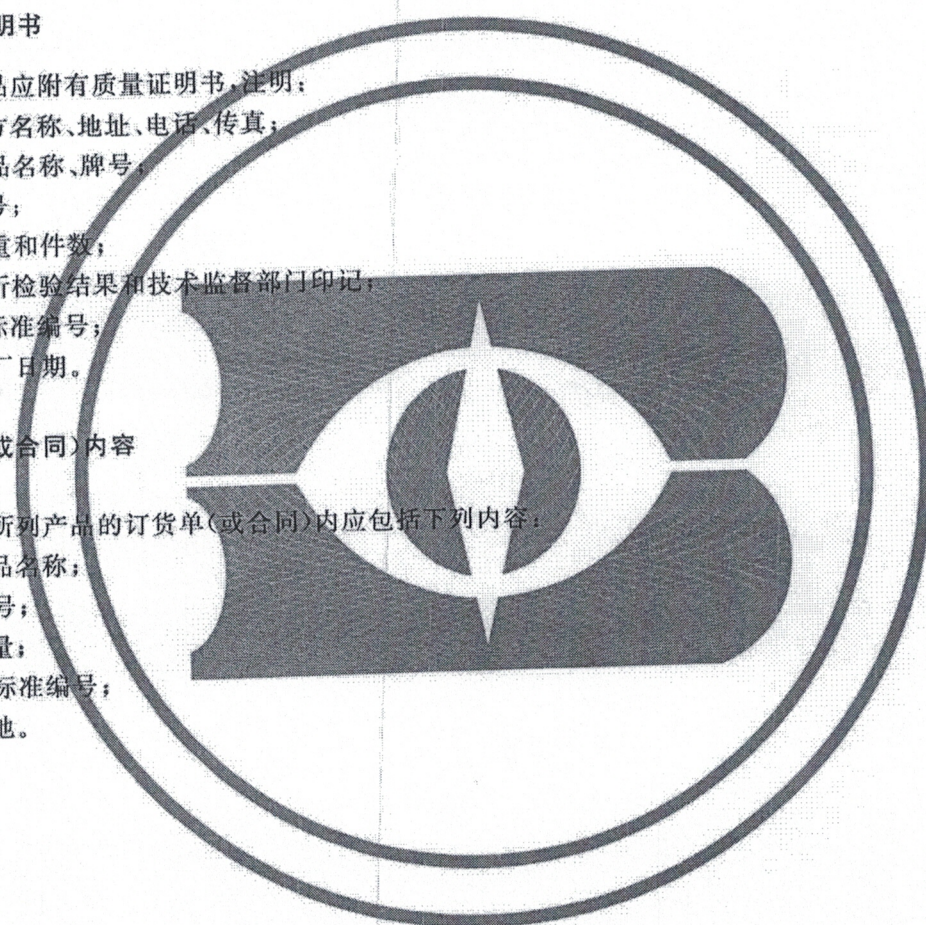
每批产品应附有质量证明书，注明：

- a) 供方名称、地址、电话、传真；
- b) 产品名称、牌号；
- c) 批号；
- d) 净重和件数；
- e) 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。

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) 牌号；
- c) 重量；
- d) 本标准编号；
- e) 其他。



附录 A (规范性附录)

电感耦合等离子体发射光谱法测定海绵铂中的杂质元素

A.1 范围

本附录规定了海绵铂 99.99%、99.95%、99.9% 中杂质元素含量的测定方法。

本方法适用于海绵铂 99.99%、99.95%、99.9% 中杂质元素含量的测定,测定元素及范围应符合表 A.1 的规定。

表 A.1

元素	测定范围/%
Pd、Rh、Ir、Ru、Au、Pb、Sn、Bi、Al	0.000 5~0.05
Ag、Cu、Zn、Ni、Cr、Fe、Mg、Mn	0.000 5~0.025
Si	0.001~0.05

A.2 方法提要

试料用盐酸、硝酸溶解。用电感耦合等离子体发射光谱仪测定,计算杂质元素的质量分数。

A.3 主要试剂

A.3.1 氢氧化钾。

A.3.2 盐酸($\rho=1.17$ g/mL)。

A.3.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

A.3.4 过氧化氢(30%,体积分数)。

A.3.5 盐酸(1+1)。

A.3.6 硝酸(1+1)。

A.3.7 盐酸(1+9)。

A.3.8 钯标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属钯(质量分数不小于 99.99%),置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(A.3.2)、1 mL 硝酸(A.3.3),盖上表面皿,低温溶解至完全。取下,冷却,用水吹洗表面皿和烧杯壁,加入 10 mL 盐酸(A.3.2),转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钯。

A.3.9 铑标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 铑粉[已通氢气还原(质量分数 $\geq 99.99\%$)],置于聚四氟乙烯消解罐中,加入 18 mL 盐酸(A.3.2)、5 mL 过氧化氢(A.3.4),立即盖上罐内盖,旋紧外盖,置于 $150\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中溶解 48 h。取出,冷却,转入 100 mL 烧杯中,低温蒸至约 10 mL。取下,冷却,加入 10 mL 盐酸(A.3.2),转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铑。

A.3.10 铱标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 铱粉[已通氢气还原(质量分数 $\geq 99.99\%$)],置于硬质玻璃封管中,加入已用冰水冷却的 8 mL 盐酸(A.3.2)、2 mL 过氧化氢(A.3.4),立即用乙炔火焰熔化硬质玻璃

封管的管口并密封,置于盛有煤油的钢弹中,盖上内盖,旋紧外盖,再置于马弗炉中升温至 $300\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,恒温溶解 72 h。取出,冷却,置于冰箱中冷冻 2 h。取出,立即用石英砂划开硬质玻璃封管的管口,用水吹洗入 300 mL 烧杯中,低温蒸至约 10 mL。取下,冷却,加入 30 mL 盐酸(A.3.2),转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铀。

A.3.11 钨标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 钨粉[已通氢气还原(质量分数 $\geq 99.99\%$)],置于硬质玻璃封管中,加入已用冰水冷却的 8 mL 盐酸(A.3.2)、2 mL 过氧化氢(A.3.4),立即用乙炔火焰熔化硬质玻璃封管的管口并密封,置于钢管(两头开口)中,再置于烘箱中升温至 $150\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,恒温溶解 72 h。取出,冷却,置于冰箱中冷冻 2 h。取出,立即用石英砂划开硬质玻璃封管的管口,用水吹洗入 300 mL 烧杯中,低温蒸至约 10 mL。取下,冷却,加入 10 mL 盐酸(A.3.2),转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钨。

A.3.12 金标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属金(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(A.3.2)、1 mL 硝酸(A.3.3),盖上表面皿,低温溶解至完全。取下,冷却,用水吹洗表面皿和烧杯壁,加入 10 mL 盐酸(A.3.2),转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 金。

A.3.13 银标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属银(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 2 mL 硝酸(A.3.3),盖上表面皿,低温溶解至完全。取下,冷却,用水吹洗表面皿和烧杯壁,加入 70 mL 盐酸(A.3.2),转入 100 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 银。

A.3.14 铅标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铅(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 3 mL 硝酸(A.3.3),盖上表面皿,低温溶解至完全。取下,冷却,用水吹洗表面皿和烧杯壁,加入 10 mL 盐酸(A.3.2),转入 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.3.15 锡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锡(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(A.3.2)、0.5 mL 硝酸(A.3.3),盖上表面皿,低温溶解至完全。取下,冷却,用水吹洗表面皿和烧杯壁,转入 100 mL 容量瓶中,用盐酸(A.3.7)稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锡。

A.3.16 铋标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铋(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(A.3.6),盖上表面皿,低温溶解至完全。取下,冷却,用水吹洗表面皿和烧杯壁,加入 10 mL 盐酸(A.3.2),转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋。

A.3.17 铝标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铝(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(A.3.5),盖上表面皿,低温溶解至完全。取下,冷却,用水吹洗表面皿和烧杯壁,加入 10 mL 盐酸(A.3.2),转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铝。

A.3.18 铜标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铜(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(A.3.6),盖上表面皿,低温溶解至完全。取下,冷却,用水吹洗表面皿和烧杯壁,加入 10 mL 盐酸(A.3.2),转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

A.3.19 锌标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锌(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(A.3.6),盖上表面皿,低温溶解至完全。取下,冷却,用水吹洗表面皿和烧杯壁,加入 10 mL 盐酸(A.3.2),转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锌。

A.3.20 镍标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属镍(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(A.3.6),盖上表面皿,低温溶解至完全。取下,冷却,用水吹洗表面皿和烧杯壁,加入 10 mL 盐酸(A.3.2),转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

A.3.21 铬标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铬(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入 6 mL 盐酸(A.3.5)、2 mL 硝酸(A.3.6),盖上表面皿,低温溶解至完全。取下,冷却,用水吹洗表面皿和烧杯壁,加入 10 mL 盐酸(A.3.2),转入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铬。

A.3.22 铁标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铁粉(质量分数 $\geq 99.99\%$),置于 100 mL 烧杯中,加入

5 mL 盐酸(A.3.5), 盖上表面皿, 低温溶解至完全。取下, 冷却, 用水吹洗表面皿和烧杯壁, 加入 10 mL 盐酸(A.3.2), 转入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。

A.3.23 镁标准贮存溶液: 称取 0.100 0 g 金属镁(质量分数 $\geq 99.99\%$), 置于 100 mL 烧杯中, 加入 5 mL 盐酸(A.3.5), 盖上表面皿, 低温溶解至完全。取下, 冷却, 用水吹洗表面皿和烧杯壁, 加入 10 mL 盐酸(A.3.2), 转入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镁。

A.3.24 锰标准贮存溶液: 称取 0.100 0 g 金属锰(质量分数 $\geq 99.99\%$), 置于 100 mL 烧杯中, 加入 5 mL 硝酸(A.3.3), 盖上表面皿, 低温溶解至完全。取下, 冷却, 用水吹洗表面皿和烧杯壁, 加入 10 mL 盐酸(A.3.2), 转入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锰。

A.3.25 硅标准贮存溶液: 称取 0.100 0 g 单质硅(质量分数 $\geq 99.99\%$), 置于聚四氟乙烯消解罐中, 加入 2 g 氢氧化钾(A.3.1)、5 mL 水, 盖上罐内盖, 旋紧外盖, 置于 $150\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中溶解 8 h。取出, 冷却, 转入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 硅。

A.3.26 钡、铯、铊、钇、铝、镁混合标准溶液: 分别移取 10 mL 钡、铯、铊、钇、铝、镁标准贮存溶液(A.3.8、A.3.9、A.3.10、A.3.11、A.3.17、A.3.23)于 200 mL 容量瓶中, 用盐酸(A.3.7)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 分别含 50 μg 钡、铯、铊、钇、铝、镁。

A.3.27 金、银、锡、铋、铟、镉混合标准溶液: 分别移取 10 mL 金、银、锡、铋、铟、镉标准贮存溶液(A.3.12、A.3.13、A.3.15、A.3.16、A.3.19、A.3.24)于 200 mL 容量瓶中, 用盐酸(A.3.7)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 分别含 50 μg 金、银、锡、铋、铟、镉。

A.3.28 铅、铜、镍、铬、铁混合标准溶液: 分别移取 10 mL 铅、铜、镍、铬、铁标准贮存溶液(A.3.14、A.3.18、A.3.20、A.3.21、A.3.22)于 200 mL 容量瓶中, 用盐酸(A.3.7)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 分别含 50 μg 铅、铜、镍、铬、铁。

A.3.29 硅标准溶液: 移取 10 mL 硅标准贮存溶液(A.3.25)于 100 mL 容量瓶中, 用盐酸(A.3.7)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 硅。

A.3.30 聚四氟乙烯消解罐, 容积 50 mL。

A.3.31 硬质玻璃封管, 容积 50 mL。

A.3.32 氩气, 纯度不小于 99.999%。

A.3.33 除非另有说明, 在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和二次蒸馏水或相当纯度的水。

A.4 仪器

电感耦合等离子体发射光谱仪。

推荐的仪器工作条件见表 A.2。推荐的杂质元素分析线见表 A.3。

表 A.2

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
1 300	0.80	15	1.50	15	0.2	5	轴向

表 A.3

元素	检测波长/nm	元素	检测波长/nm
Pd	340.458	Al	396.153
Rh	343.489	Mg	285.213

表 A.3 (续)

元素	检测波长/nm	元素	检测波长/nm
Ir	224.268, 215.268	Mn	257.610
Ag	338.289, 328.068	Zn	206.200
Fe	259.939	Si	251.611
Ni	231.604	Au	267.595
Cu	327.393	Ru	349.894
Cr	357.869	Sn	283.998, 189.927
Bi	223.061		
Pb	283.306, 220.353		
注: 分析线根据仪器分辨率和共存元素干扰情况而确定。			

A.5 试样

试样制备均匀, 粒度应不大于 0.074 mm, 于 100 °C ± 5 °C 烘箱中烘 1 h, 置于干燥器中冷却后, 待用。

A.6 分析步骤

A.6.1 试料

A.6.1.1 称取 0.30 g 试样(水合肼还原法制得), 精确至 0.000 1 g。

A.6.1.2 称取 1.00 g 试样(氯化铵沉淀法制得), 精确至 0.000 1 g。

A.6.2 测定次数

独立地进行二次测定, 取其平均值。

A.6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

A.6.4 试样溶液的制备

A.6.4.1 将试料(A.6.1.1)置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加 6 mL 盐酸(A.3.2)、2 mL 硝酸(A.3.3), 盖上表面皿, 低温溶解至完全。取下, 冷却, 转入 25 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

A.6.4.2 将试料(A.6.1.2)置于 300 mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入 18 mL 盐酸(A.3.2)、6 mL 硝酸(A.3.3), 盖上表面皿, 低温溶解至完全。取下, 冷却, 转入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

A.6.5 标准溶液的制备

A.6.5.1 钯、铈、铈、钇、铝、镁系列标准溶液: 分别移取 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、2.00 mL、10.00 mL 的钯、铈、铈、钇、铝、镁混合标准溶液(A.3.26)于一组 100 mL 容量瓶中, 用盐酸(A.3.7)稀释至刻度, 混匀。

A.6.5.2 金、银、锡、铋、锌、锰系列标准溶液: 分别移取 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、2.00 mL、10.00 mL 的

金、银、锡、铋、锌、锰混合标准溶液(A.3.27)于一组 100 mL 容量瓶中,用盐酸(A.3.7)稀释至刻度,混匀。

A.6.5.3 铅、铜、镍、铬、铁系列标准溶液:分别移取 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、2.00 mL、10.00 mL 的铅、铜、镍、铬、铁混合标准溶液(A.3.28)于一组 100 mL 容量瓶中,用盐酸(A.3.7)稀释至刻度,混匀。

A.6.5.4 硅系列标准溶液:分别移取 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 的硅标准溶液(A.3.29)于一组 100 mL 塑料容量瓶中,用盐酸(A.3.7)稀释至刻度,混匀。

A.6.6 测定

A.6.6.1 于电感耦合等离子体发射光谱仪上,在仪器运行稳定后,在选定的仪器工作条件下,用配制好的系列标准溶液(A.6.5)进行标准化,杂质元素工作曲线相关系数不小于 0.999,否则需重新进行标准化或重新配制标准溶液进行测定。

A.6.6.2 测试分析试液(A.6.4)及空白试液(A.6.3)。仪器根据标准工作曲线,自动进行数据处理,计算并输出杂质元素质量浓度。

A.7 分析结果的计算

按式(A.1)计算杂质元素的质量分数 w ,数值以 % 表示:

$$w = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V}{m_0 \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

ρ_1 ——自工作曲线上查得被测杂质元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——空白溶液的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果保留至两位有效数字。

A.8 精密度

实验室之间分析结果的相对偏差不大于 30%。

附录 B

(规范性附录)

氢还原重量法测定海绵铂灼烧损失量

B.1 范围

本方法规定了海绵铂灼烧损失量的测定。

本方法适用于海绵铂灼烧损失量的测定。测定范围：0.005 0%~0.800%。

B.2 方法提要

试料于 200 ℃~800 ℃分段升温氢还原，称重，以测定灼烧损失量。

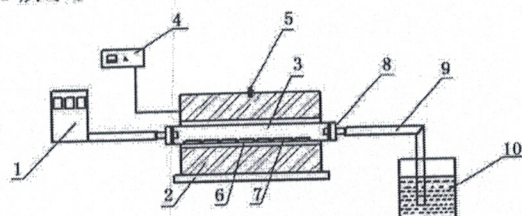
B.3 仪器与装置

B.3.1 分析天平：感量 0.01 mg。

B.3.2 氢气发生器，氢气流量：不大于 300 mL/min ($w \geq 99.999\%$)。

B.3.3 管式电炉，温度：不大于 1 200 ℃。

B.3.4 氢还原装置，如图 B.1 所示。



说明：

- 1 —— 氢气发生器；
- 2 —— 管式还原炉；
- 3 —— 石英玻璃管；
- 4 —— 电源和温控显示；
- 5 —— 热电偶；
- 6 —— 石英舟；
- 7 —— 样品；
- 8 —— 橡皮塞；
- 9 —— 乳胶管；
- 10 —— 水。

图 B.1 氢还原装置

B.4 分析步骤

警示——本操作应在通风条件下进行。

B.4.1 试料

称取约 1.0 g~2.0 g 试样,精确至 0.000 01 g。

B.4.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

B.4.3 试料处理

将试料置于已恒重的石英舟中,将石英舟置于管式电炉的石英管内,于氢气流(275 mL/min ± 2 mL/min)条件下,通氢气约 10 min 后,再于通氢气条件下,按 200 ℃、恒温 0.5 h,400 ℃、恒温 0.5 h,600 ℃、恒温 0.5 h,800 ℃、恒温 1.0 h 依次升温。关闭电源,继续通氢气冷却至约 50 ℃,关闭氢气。

B.4.4 测定

取出石英舟,置于干燥器中,冷却至室温,称重,直至恒重。

B.5 分析结果的表述

按式(B.1)计算灼烧损失量 w ,数值以 % 表示:

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\%$$

.....(B.1)

式中:

m_1 ——灼烧前海绵铂的质量,单位为克(g);

m_2 ——灼烧后海绵铂的质量,单位为克(g)。

分析结果小于 0.1 % 时,表示至小数点后三位;小于 0.01 % 时,表示至小数点后四位。

B.6 精密度

实验室之间分析结果的差值应不大于表 B.1 所列相对允许差。

表 B.1

灼烧损失量/%	相对允许差/%
0.005 0~0.010	30
>0.010~0.050	20
>0.050~0.100	10
>0.100~0.800	5

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
海 绵 铂
GB/T 1419—2015

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.net.cn
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 24 千字
2016年1月第一版 2016年1月第一次印刷

书号: 155066·1-52969 定价 18.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 1419-2015