

有色金属工业标准汇编

贵金属 粉末冶金 半导体材料化学分析方法

中国标准出版社第二编辑室 编

中国标准出版社

THE

用

呈溶

配。

尤级
多入

中。

实施
起草

图书在版编目 (CIP) 数据

有色金属工业标准汇编·贵金属、粉末冶金、半导体
材料化学分析方法/中国标准出版社第二编辑室编.

—北京: 中国标准出版社, 2000. 11

ISBN 7-5066-2344-7

I. 有… II. 中… III. ①有色金属-标准-汇编-中
国②贵金属-化学分析-标准-汇编-中国③粉末冶金-
化学分析-标准-汇编-中国④半导体材料-化学分析-
标准-汇编-中国 IV. TG146-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2000) 第 78773 号

中国标准出版社出版

北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码: 100045

电 话: 68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 26 字数 787 千字

2001 年 3 月第一版 2001 年 3 月第一次印刷

*

印数 1—2 000 定价 72.00 元

*

标 目 432—01

出版说明

近年来,国家质量技术监督局及有色金属行业主管部门对一大批有色金属国家标准和行业标准进行了制定或修订,为及时跟踪有色金属标准制修订的进展情况,查阅和使用最新的标准文本,我们编辑了《有色金属工业标准汇编》系列。

本册《有色金属工业标准汇编 贵金属 粉末冶金 半导体材料化学分析方法》主要收集了铂、铑、钌、钯、金、银等贵金属及其合金化学分析方法标准;铝粉、镁粉、硬质合金、镍基合金、碳化铬、核级碳化硼、二硼化钛等粉末冶金化学分析方法标准;砷、硅、碲、高纯二氧化锗等半导体材料化学分析方法标准。

本汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(GB 或 GB/T),年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样;读者在使用这些国家标准时,其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

本汇编目录中,凡标准名称用括号注明原国家标准号“(原 GB ××××-××)”的行业标准,均由国家标准转化而来,这些标准因未另出版行业标准文本(即仅给出行业标准号,正文内容完全不变),故本汇编中正文部分仍为原国家标准。

本汇编所包括的标准由于出版年代不同,其格式、符号代号、计量单位乃至名词术语不尽相同。这次汇编时,只对原标准中技术内容上的错误以及其他方面明显不妥之处做了更正。

本汇编收集了截止到 2000 年 10 月由国家质量技术监督局和国家有色金属工业局发布的国家标准和行业标准,共 123 个。其中国家标准 75 个,行业标准 48 个。收入本汇编中的所有国家标准和行业标准都是现行的、有效的。

编 者

2000 年 11 月

142

目 录

贵金属及其合金化学分析方法

GB/T 1485—1979	铂铑合金化学分析方法	3
GB/T 1486—1979	铂钌合金化学分析方法	5
GB/T 1488—1979	铂钯铑合金化学分析方法	7
GB/T 1490—1979	金磷合金化学分析方法	9
GB/T 11066.1—1989	金化学分析方法 火试金法测定金量	13
GB/T 11066.2—1989	金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定银量	15
GB/T 11066.3—1989	金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铁量	19
GB/T 11066.4—1989	金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铜、铅、铋和铈量	23
GB/T 11066.5—1989	金化学分析方法 发射光谱法测定银、铜、铁、铅、铋和铈含量	28
GB/T 11067.1—1989	银化学分析方法 氯化银沉淀-火焰原子吸收光谱法测定银量	31
GB/T 11067.2—1989	银化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铜和金量	35
GB/T 11067.3—1989	银化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铁、铅和铋量	40
GB/T 11067.4—1989	银化学分析方法 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚分光光度法测定铈量	44
GB/T 11067.5—1989	银化学分析方法 燃烧-电导法测定碳量	47
GB/T 11067.6—1989	银化学分析方法 燃烧-碘酸钾滴定法测定硫量	51
GB/T 11067.7—1989	银化学分析方法 发射光谱法测定铜、铋、铁、铅、金和铈量	55
GB/T 15072.1—1994	贵金属及其合金化学分析方法 金、钯合金中金量的测定	58
GB/T 15072.2—1994	贵金属及其合金化学分析方法 银合金中银量的测定	63
GB/T 15072.3—1994	贵金属及其合金化学分析方法 金、铂、钯合金中铂量的测定	67
GB/T 15072.4—1994	贵金属及其合金化学分析方法 钯、银合金中钯量的测定	72
GB/T 15072.5—1994	贵金属及其合金化学分析方法 金、钯合金中银量的测定	75
GB/T 15072.6—1994	贵金属及其合金化学分析方法 铂、钯合金中铱量的测定	79
GB/T 15072.7—1994	贵金属及其合金化学分析方法 金合金中铬量的测定	87
GB/T 15072.8—1994	贵金属及其合金化学分析方法 金、钯、银合金中铜量的测定	91
GB/T 15072.9—1994	贵金属及其合金化学分析方法 金合金中铟量的测定	95
GB/T 15072.10—1994	贵金属及其合金化学分析方法 金合金中镍量的测定	98
GB/T 15072.11—1994	贵金属及其合金化学分析方法 金合金中钆量的测定	101
GB/T 15072.12—1994	贵金属及其合金化学分析方法 银合金中钒量的测定	104
GB/T 15072.13—1994	贵金属及其合金化学分析方法 银合金中铈量的测定	106
GB/T 15072.14—1994	贵金属及其合金化学分析方法 银合金中铝量的测定	108
GB/T 15072.15—1994	贵金属及其合金化学分析方法 金、银、钯合金中镍、锌、锰量的测定	111
GB/T 15072.16—1994	贵金属及其合金化学分析方法 金合金中铜、锰量的测定	115
GB/T 15072.17—1994	贵金属及其合金化学分析方法 铂合金中钨量的测定	119
GB/T 15072.18—1994	贵金属及其合金化学分析方法 金合金中铁量的测定	121

GB/T 15072.19—1994	贵金属及其合金化学分析方法	金合金中铬量的测定	124
GB/T 15072.20—1994	贵金属及其合金化学分析方法	金合金中铂量的测定	127

粉末冶金化学分析方法

GB/T 3169.1—1982	铝粉化学分析方法	气体容量法测定活性铝	133
GB/T 3169.2—1982	铝粉化学分析方法	减杂质法测定总铝量	136
GB/T 3169.3—1982	铝粉化学分析方法	重量法测定水分	137
GB/T 3169.4—1982	铝粉化学分析方法	真空重量法测定水分	139
GB/T 3169.5—1982	铝粉化学分析方法	高碘酸钾光度法测定锰	141
GB/T 3169.6—1982	铝粉化学分析方法	气体容量法测定油脂量	143
GB/T 4374.1—1984	镁粉和铝镁合金粉化学分析方法	新铜试剂萃取光度法测定铜量	145
GB/T 4374.2—1984	镁粉和铝镁合金粉化学分析方法	1,10-二氮杂菲光度法测定铁量	148
GB/T 4374.3—1984	镁粉和铝镁合金粉化学分析方法	钼蓝光度法测定硅量	151
GB/T 4374.4—1984	镁粉和铝镁合金粉化学分析方法	氟化物置换络合滴定法测定铝量	154
GB/T 4374.5—1984	镁粉和铝镁合金粉化学分析方法	丙酮-氯化银浊度法测定氯量	156
GB/T 4374.6—1984	镁粉和铝镁合金粉化学分析方法	重量法测定湿存水量	159
GB/T 4374.7—1984	镁粉和铝镁合金粉化学分析方法	重量法测定盐酸不溶物量	161
GB/T 4374.8—1984	镁粉和铝镁合金粉化学分析方法	气体容量法测定活性镁及活性铝镁量	163
GB/T 5124.1—1985	硬质合金化学分析方法	重量法测定总碳量	168
GB/T 5124.2—1985	硬质合金化学分析方法	重量法测定游离(不溶)碳量	172
GB/T 5124.3—1985	硬质合金化学分析方法	电位滴定法测定钴量	174
GB/T 5124.4—1985	硬质合金化学分析方法	过氧化物光度法测定钛量	177
GB/T 8638.1—1988	镍基合金粉化学分析方法	中和滴定法测定硼量	182
GB/T 8638.2—1988	镍基合金粉化学分析方法	铬天青S分光光度法测定铝量	185
GB/T 8638.3—1988	镍基合金粉化学分析方法	高氯酸脱水重量法测定硅量	188
GB/T 8638.4—1988	镍基合金粉化学分析方法	过硫酸铵氧化滴定法测定铬量	190
GB/T 8638.5—1988	镍基合金粉化学分析方法	高碘酸钠(钾)氧化分光光度法测定锰量	193
GB/T 8638.6—1988	镍基合金粉化学分析方法	三氯化钛-重铬酸钾滴定法测定铁量	195
GB/T 8638.7—1988	镍基合金粉化学分析方法	亚硝基R盐分光光度法测定钴量	198
GB/T 8638.8—1988	镍基合金粉化学分析方法	新亚铜灵-三氯甲烷萃取分光光度法测定铜量	201
GB/T 8638.9—1988	镍基合金粉化学分析方法	硫代硫酸钠-碘量法测定铜量	204
GB/T 8638.10—1988	镍基合金粉化学分析方法	硫氰酸盐分光光度法测定钼量	207
GB/T 8638.11—1988	镍基合金粉化学分析方法	辛可宁重量法测定钨量	209
GB/T 8638.12—1988	镍基合金粉化学分析方法	正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法测定磷量	212
GB/T 8638.13—1988	镍基合金粉化学分析方法	脉冲加热惰性气熔融库仑滴定法测定氧量	215
YS/T 422.1—2000	碳化铬化学分析方法	铬量的测定	219
YS/T 422.2—2000	碳化铬化学分析方法	总碳量的测定	222
YS/T 422.3—2000	碳化铬化学分析方法	铁量的测定	225
YS/T 422.4—2000	碳化铬化学分析方法	硅量的测定	229
YS/T 423.1—2000	核级碳化硼粉末化学分析方法	总硼量的测定	233
YS/T 423.2—2000	核级碳化硼粉末化学分析方法	总碳量的测定	237

YS/T 423.3—2000	核级碳化硼粉末化学分析方法	游离硼量的测定	240
YS/T 423.4—2000	核级碳化硼粉末化学分析方法	铁量的测定	244
YS/T 423.5—2000	核级碳化硼粉末化学分析方法	氧量的测定	248
YS/T 424.1—2000	二硼化钛粉末化学分析方法	钛量的测定	253
YS/T 424.2—2000	二硼化钛粉末化学分析方法	总硼量的测定	256
YS/T 424.3—2000	二硼化钛粉末化学分析方法	铁量的测定	260
YS/T 424.4—2000	二硼化钛粉末化学分析方法	碳量的测定	263
YS/T 424.5—2000	二硼化钛粉末化学分析方法	氧量的测定	267

半导体材料化学分析方法

GB/T 4298—1984	半导体硅材料中杂质元素的活化分析方法	275
GB/T 4373.1—1984	砷化学分析方法 溴酸钾容量法测定砷量	293
GB/T 4373.2—1984	砷化学分析方法 孔雀绿光度法测定铋量	295
GB/T 4373.3—1984	砷化学分析方法 硫酸钡重量法测定硫量	298
GB/T 4373.4—1984	砷化学分析方法 二硫代二安替比林基甲烷光度法测定铋量	300
GB/T 14849.1—1993	工业硅化学分析方法 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量	303
GB/T 14849.2—1993	工业硅化学分析方法 铬天青-S 分光光度法测定铝量	306
GB/T 14849.3—1993	工业硅化学分析方法 钙量的测定	309
YS/T 34.1—1992	高纯砷化学分析方法 孔雀绿分光光度法测定铋量	315
YS/T 34.2—1992	高纯砷化学分析方法 化学光谱法测定钴、锌、银、铜、钙、铝、镍、铬、铅、镁、铁量	318
YS/T 34.3—1992	高纯砷化学分析方法 极谱法测定硒量	323
YS/T 34.4—1992	高纯砷化学分析方法 极谱法测定硫量	325
YS/T 37.1—1992	高纯二氧化锗化学分析方法 硫氰酸汞分光光度法测定氯量	329
YS/T 37.2—1992	高纯二氧化锗化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量	332
YS/T 37.3—1992	高纯二氧化锗化学分析方法 石墨炉原子吸收光谱法测定砷量	335
YS/T 37.4—1992	高纯二氧化锗化学分析方法 化学光谱法测定铁、镁、铅、镍、铝、钙、铜、铜和锌量	339
YS/T 226.1—1994(原 GB 2110—80)	硒中铋量的测定(碘化钾、硫脲、马钱子碱吸光光度法)	345
YS/T 226.2—1994(原 GB 2111—80)	硒中铋量的测定(孔雀绿吸光光度法)	348
YS/T 226.3—1994(原 GB 2112—80)	硒中锡量的测定(苯酚-溴代十六烷基三甲基胺吸光光度法)	351
YS/T 226.4—1994(原 GB 2113—80)	硒中铝量的测定(铬天青 S-溴代十六烷基吡啶吸光光度法)	354
YS/T 226.5—1994(原 GB 2114—80)	硒中汞量的测定	357
YS/T 226.6—1994(原 GB 2115—80)	硒中砷量的测定(砷钼蓝吸光光度法)	360
YS/T 226.7—1994(原 GB 2116—80)	硒中硅量的测定(硅钼蓝吸光光度法)	362
YS/T 226.8—1994(原 GB 2117—80)	硒中硼量的测定(次甲基蓝吸光光度法)	364
YS/T 226.9—1994(原 GB 2118—80)	硒中氯量的测定(硫氰酸汞吸光光度法)	366
YS/T 226.10—1994(原 GB 2119—80)	硒中硫量的测定(蒸馏还原吸光光度法)	368
YS/T 226.11—1994(原 GB 2120—80)	硒中镁、铜、铁、镍量的测定(原子吸收分光光度法)	372
YS/T 226.12—1994(原 GB 2121—80)	硒中铅量的测定(示波极谱法)	376
YS/T 226.13—1994(原 GB 2122—80)	硒中铈量的测定(示波极谱法)	379
YS/T 226.14—1994(原 GB 2123—80)	硒中碳量的测定(燃烧电导法)	382

YS/T 226.15—1994(原 GB 2124—80)	碲中碲量的测定(硫代硫酸钠容量法)	384
YS/T 227.1—1994(原 GB 2137—80)	碲中铋量的测定(碘化钾、二甲马钱子碱吸光光度法)	386
YS/T 227.2—1994(原 GB 2138—80)	碲中铝量的测定(铬天青 S-溴代十四烷基吡啶胶束增溶吸 光光度法)	388
YS/T 227.3—1994(原 GB 2139—80)	碲中铅量的测定(双硫脲-四氯化碳萃取吸光光度法)	390
YS/T 227.4—1994(原 GB 2140—80)	碲中铁量的测定(邻菲罗啉吸光光度法)	393
YS/T 227.5—1994(原 GB 2141—80)	碲中硒量的测定(2,3-二氨基萘吸光光度法)	395
YS/T 227.6—1994(原 GB 2142—80)	碲中铜量的测定(新亚铜灵-三氯甲烷萃取吸光光度法)	397
YS/T 227.7—1994(原 GB 2143—80)	碲中硫量的测定(硫酸钡比浊法)	399
YS/T 227.8—1994(原 GB 2144—80)	碲中镁、钠量的测定(原子吸收分光光度法)	401
YS/T 227.9—1994(原 GB 2145—80)	碲中碲量的测定(重铬酸钾-硫酸亚铁铵容量法)	403
YS/T 227.10—1994(原 GB 2146—80)	碲中砷量的测定(正戊醇萃取砷钼蓝分光光度法)	405
YS/T 227.11—1994(原 GB 2147—80)	碲中硅量的测定(正丁醇萃取硅钼蓝吸光光度法)	407

注：1 本汇编收集的国家标准的属性已在本目录上标明(GB 或 GB/T)，年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家标准清理整顿前出版的，现尚未修订，故正文部分仍保留原样；读者在使用这些国家标准时，其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

2 本汇编目录中，凡标准名称用括号注明原国家标准号“(原 GB ××××—×××)”的行业标准，均由国家标准转化而来，这些标准因未另出版行业标准文本(即仅给出行业标准号，正文内容完全不变)，故本汇编中正文部分仍为原国家标准。与此类似的专业标准、部标准转化为行业标准的情况也照此处理。

贵金属及其合金化学分析方法

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

GB 1485—79

铂 铑 合 金 化 学 分 析 方 法

铑 量 的 测 定

1. 方法提要

试样用封管氯化法溶解。在铂、铑的氯络合物微酸性溶液中，加亚硝酸钠及硝酸六氨络合钴 $[\text{Co}(\text{NH}_3)_6(\text{NO}_3)_2]$ 溶液，使铑呈复盐沉淀 $[\text{Rh}(\text{NO}_2)_3 \cdot \text{Co}(\text{NH}_3)_6]$ ，用玻璃坩埚过滤，沉淀用乙醇及乙醚洗涤后，经抽空干燥，称量。沉淀重乘以换算因数得铑量。

本法适用于分析铂铑合金中5~70%铑。

2. 试剂

硝酸：比重1.40。

盐酸：比重1.18。

过氧化氢：30%溶液。

亚硝酸钠。

硝酸六氨络合钴饱和溶液：称取17克结晶硝酸六氨络合钴^①，加300毫升水，加热溶解，用快速滤纸过滤后，稀释成1000毫升。

硝酸六氨络合钴洗液：0.05%溶液。

无水乙醇。

乙醚。

3. 分析步骤

称取0.1000克试样^②，以封管氯化法（见附录）用6~8毫升盐酸及1~2毫升过氧化氢，在140℃温度下溶解。所得试样溶液转移至500毫升烧杯中，蒸至近干，加400毫升水^③，加热至60℃左右，加5克亚硝酸钠，继续加热煮沸，在剧烈搅拌下加入20毫升硝酸六氨络合钴饱和溶液，继续搅拌至大量沉淀析出。在砂浴上陈化10分钟。将烧杯浸入冷水中冷却1小时左右^④。用预先洗净、干燥和称量好的4号玻璃坩埚抽滤，用带橡皮头的玻璃棒将沾附在烧杯壁上的沉淀擦下，用硝酸六氨络合钴洗液将烧杯中沉淀完全洗入坩埚中，用同样洗液再洗沉淀2次，用无水乙醇洗3次，乙醚洗1次。将玻璃坩埚放在玻璃抽空干燥器中抽空气30分钟以干燥沉淀，取出称量。铑的复盐沉淀乘以换算因数即得铑量。

铑的百分含量按下式计算：

$$\text{Rh}(\%) = \frac{[(W_1 + W_2) - W_2] \times 0.19054}{W} \times 100$$

式中： W_1 ——沉淀的重量（毫克）；

W_2 ——坩埚的重量（毫克）；

W ——试样重量（毫克）；

0.19054——铑的复盐对铑的换算因数。

国 家 标 准 总 局 发 布
中 华 人 民 共 和 国 冶 金 工 业 部 提 出

1979年10月1日 实施
冶金工业部贵金属研究所 起草

注：① 硝酸六氨络合钴的制备方法：将 73 克硝酸钴溶于 100 毫升水中，加 80 克硝酸铵、2 克活性炭黑及 180 毫升氨水，在溶液中通入空气 3~4 小时。向溶液中加入约 1500 毫升硝酸酸化水，加热至 50~70°C，趁热过滤，除去活性炭黑。向滤液中加入 200 毫升硝酸，冷却析出橙色晶状沉淀，用玻璃漏斗过滤，用水及无水乙醇洗净晶体，在约 100°C 温度下烘干。

② 铑量在 40% 以上者只称 0.0500 克试样。

③ 沉淀时溶液的体积不能少于 300 毫升，否则沉淀中夹带铂，使结果偏高。

④ 沉淀放置时间不宜太久，否则沉淀中也会析出铂使结果偏高。

4. 允许差

元 素	含 量 (%)	允 许 差 (%)
Rh	5.00~20.00	0.05
	20.01~30.00	0.10
	30.01~70.00	0.15
	>70.00	0.20

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

GB 1486—79

铂 钉 合 金 化 学 分 析 方 法

钉 量 的 测 定

1. 方法提要

试样用封管氯化法溶解，以硫脲分光光度法测定钉，铂对钉的显色有微小负干扰，可在绘制钉的标准曲线时加入一定量的铂以消除之。

本法适用于分析铂钉合金中5~10%钉。

2. 试剂

盐酸：比重1.18、1:1。

过氧化氢：30%溶液。

硫脲：10%溶液，当天配制。

盐酸—乙醇混合溶液（甲）：等体积的盐酸（比重1.18）与98%乙醇混合溶液。

盐酸—乙醇混合溶液（乙）：等体积的盐酸（1:1）与98%乙醇混合溶液。

钉标准溶液（甲）：称取0.1250克钉粉（纯度99.9%）置于玻璃封管中，加8毫升盐酸（比重1.18）、1毫升过氧化氢，封管后放于特制的钢弹中，在250℃溶解24小时，开管后转入250毫升容量瓶内，加25毫升盐酸（比重1.18），用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含0.50毫克钉。

钉标准溶液（乙）：吸取50.00毫升钉标准溶液（甲）于250毫升容量瓶内，加20毫升盐酸（比重1.18），用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含0.10毫克钉。

铂溶液：称取0.2500克铂（纯度99.9%）置于玻璃封管中，加8毫升盐酸（比重1.18）、1毫升过氧化氢，封管后于140℃溶解8小时，开管后转入100毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含2.50毫克铂。

3. 分析步骤

称取0.1000克试样置于封管中，加8毫升盐酸（比重1.18）、1毫升过氧化氢，封管后于140℃溶解，开管后转入100毫升容量瓶中，稀释至刻度，混匀。分取5.00毫升溶液于50毫升容量瓶中，加10毫升盐酸（比重1.18），用水稀释至体积为20毫升，加20毫升盐酸—乙醇混合溶液（甲），5毫升硫脲溶液，混匀后，于80~85℃水浴上加热10分钟，取出，在冷水中冷却至室温，用盐酸—乙醇混合溶液（乙）稀释至刻度混匀。用1.00厘米液槽，于分光光度计波长620毫微米处，以试剂空白作参比溶液，测量吸光度。

标准曲线的绘制：吸取1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00毫升钉标准溶液（乙）分别置于6个50毫升容量瓶内，加2.00毫升铂溶液^注，加10毫升盐酸（比重1.18），以下按分析步骤显色及测量吸光度，绘制标准曲线。

钉的百分含量按下式计算：

$$Ru(\%) = \frac{W_1}{W} \times 100$$

国 家 标 准 总 局 发 布
中 华 人 民 共 和 国 冶 金 工 业 部 提 出

1979年10月1日 实施
冶金工业部贵金属研究所 起草

式中: W_1 ——试液吸光度在标准曲线上查得的钌量 (毫克);

W ——所分取的试样重量 (毫克)。

注: 有铂存在时, 钌的吸光度稍下降, 但铂的含量在 3~12 毫克时, 钌吸光度下降的数值均恒定, 铂量超过 15 毫克时, 有沉淀产生, 为了消除铂的影响, 在绘制标准曲线时应加入一定量的铂。

4. 允许差

元 素	含 量 (%)	允 许 差 (%)
Ru	4.00~7.00	0.08
	7.01~9.00	0.12
	9.01~11.00	0.15

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

GB 1488—79

铂钯铑合金化学分析方法

钯量及铑量的测定

1. 方法提要

试样用硝酸及盐酸溶解，加盐酸赶除硝酸，用溴酸钠氧化，在碳酸氢钠（pH 8）溶液中，钯、铑呈水合氧化物形式沉淀，铂却留在溶液中。滤出沉淀溶于盐酸中，再重复溴酸钠氧化沉淀一次，使钯、铑与铂完全分离。再将钯、铑的沉淀溶于盐酸中，在约 3% 盐酸溶液中，加丁二肟乙醇溶液沉淀钯，过滤与铑分离，用烘干丁二肟钯的沉淀的重量法测定钯量。滤液中的铑量，用氯化亚锡分光光度法测定之。

本方法适用于分析铂钯铑合金中 4% 钯及 3.5% 铑。

2. 试剂

硝酸：比重 1.40。

盐酸：比重 1.81、1:5。

盐酸洗涤液：1% 溶液。

溴酸钠：10% 溶液。

碳酸氢钠：5% 溶液。

氯化钠：10% 溶液及 1% 洗涤液（pH 7~8）。

丁二肟：1% 乙醇溶液，过滤后使用。

氯化亚锡：25% 溶液〔称取 25 克氯化亚锡二水合物，溶于 17 毫升盐酸（比重 1.18）中，用水稀释至 100 毫升，保存于棕色瓶中〕。

铑标准溶液：称取 0.350 0 克纯铑（99.99%），置于玻璃管中（按附录封管氯化法），加 8 毫升盐酸（比重 1.18）及 0.5 毫升 30% 过氧化氢，封闭玻璃管并在 140℃ 温度下加热溶解完全。将开管洗出的铑溶液蒸发至近干，用盐酸（1:5）溶解，转移至 100 毫升容量瓶中，再用相同浓度盐酸稀释至刻度，混匀。此溶液每毫升含 3.50 毫克铑。

3. 分析步骤

称取 1.000 0 克试样，置于 500 毫升烧杯中，加 30 毫升盐酸（比重 1.18）、10 毫升硝酸（比重 1.40），在低温电炉上加热溶解，直至试样完全溶尽^①。加入 10 毫升氯化钠溶液，蒸至近干，用 5 毫升盐酸（比重 1.18）蒸干，如此处理 3 次以赶除硝酸。加几滴盐酸^②润湿干盐，加约 200 毫升水溶解，得铂、钯、铑的氯络合物试液。

将试液煮至近沸，加入 40 毫升溴酸钠溶液，煮沸 30 分钟^③，在搅拌下慢慢滴加碳酸氢钠溶液^④至有少量黑褐色沉淀出现（约 pH 3~4），再加 20 毫升溴酸钠溶液，煮沸 30 分钟，再慢慢滴加碳酸氢钠溶液至大量黑褐色沉淀产生（约 pH 6~7），再加 20 毫升溴酸钠溶液，煮沸 15 分钟，滴加碳酸氢钠溶液调节至 pH 8±0.5（以精密 pH 试纸检验），最后使溶液在微沸状态下保持 30 分钟，取下，放置冷却、陈化 1~1.5 小时^⑤。用 4 号玻璃漏斗抽滤，以 1% 氯化钠洗涤液（pH 7~8）洗烧杯及沉淀 5~

6次, 洗液滤下与滤液合并。将漏斗移至另一过滤瓶上, 用20毫升盐酸(比重1.18)溶解原烧杯和漏斗中的沉淀(也须经抽滤), 用水洗漏斗5~6次, 滤下, 将溶液转移回原烧杯中, 蒸至近干, 加约200毫升水, 同上法再作一次溴酸钠水解沉淀。过滤及洗涤。将滤液及洗液与第一次水解后的滤液合并以回收铂。洗净的沉淀仍用20毫升盐酸(比重1.18)溶解, 蒸干, 再加5毫升盐酸(比重1.18)蒸干数次完全破坏残余溴酸钠, 用5~6毫升盐酸(比重1.18)溶解, 加约200毫升水, 放置冷却。在搅拌下加入20毫升丁二肟乙醇溶液, 再搅拌10分钟, 放置陈化10分钟, 用已烘干恒重的4号玻璃坩埚抽滤, 用带有橡皮头的玻璃棒将沾附于烧杯壁上的沉淀擦下, 以1%盐酸洗液冲洗入坩埚中, 再冲洗烧杯及坩埚5~6次, 再用蒸馏水洗4~5次。将玻璃坩埚置于烘箱中, 于105~110℃温度下烘1小时, 移入干燥器中冷却半小时, 称重。重复烘干直至恒重。用丁二肟钯沉淀的重量乘以换算因数得钯量。

钯的百分含量按下式计算:

$$\text{Pd}(\%) = \frac{[W_1 + W_2] - W_1}{W} \times 0.3161 \times 100$$

式中: W_1 ——玻璃坩埚重量(毫克);

W_2 ——丁二肟钯沉淀重量(毫克);

W ——试样重量(毫克);

0.3161——丁二肟钯对钯的换算因数。

将上述过滤、洗涤丁二肟钯沉淀后的滤液及洗液合并移入500毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。分取20.00毫升试液置于100毫升烧杯中, 蒸干, 加5毫升盐酸(比重1.18)及2毫升硝酸(比重1.40), 蒸干破坏丁二肟。再加5毫升盐酸(比重1.18)蒸干, 如此3次赶除硝酸。用25毫升盐酸(1:5)分数次溶解及冲洗烧杯, 溶液移入50毫升容量瓶中, 加10毫升氯化亚锡溶液, 摇匀。将容量瓶浸入沸水浴中加热30分钟, 取出放入冷水中冷却至室温, 用盐酸(1:5)稀释至刻度, 摇匀。将试液盛于1厘米液槽中, 于分光光度计波长475毫微米处, 以试剂空白作参比溶液, 测量吸光度。

标准曲线的绘制: 吸取0、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50毫升铑标准溶液, 分别置于6个50毫升容量瓶中, 按前面测定铑的步骤显色及测量吸光度, 绘制标准曲线。

铑的百分含量按下式计算:

$$\text{Rh}(\%) = \frac{W_s}{W} \times 100$$

式中: W_s ——试液吸光度在标准曲线上查得的铑量(毫克);

W ——所分取的试样重量(毫克)。

注: ① 有些试样经硝酸和盐酸溶解尚难溶尽, 需用封管氯化法溶解(见附录)。

② 在用溴酸钠水解沉淀前, 试液中的盐酸量不宜多, 否则溴酸钠被盐酸破坏而影响氧化效果。

③ 必须保证充分的氧化时间及温度, 否则影响分离效果。

④ 溴酸钠水解过程中, 应特别耐心, 细致地调节酸度, 否则影响氧化效果。

⑤ 沉淀陈化的时间不要过长, 否则沉淀吸附铂较多。

4. 允许差

元 素	含 量 (%)	允 许 差 (%)
Pd	4	0.1
Rh	3.5	0.1

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

GB 1490—79

金磷合金化学分析方法

磷 量 的 测 定

1. 方法提要

试样用硝酸及盐酸溶解并蒸至近干，加盐酸驱除硝酸，在微酸性介质中用亚硝酸钠还原以分离金，滤液中加入钼酸铵和硫脲，使磷生成磷钼蓝络合物，在波长 680 毫微米处用分光光度法测定磷。

本方法适用于分析金磷合金中不大于 1% 磷。

2. 试剂

盐酸：比重 1.18。

硝酸：比重 1.40。

硫酸：比重 1.84、1:5。

硫酸铜：1% 溶液。

硫脲：10% 溶液。

亚硝酸钠：20% 溶液。

氢氧化钠：10% 溶液。

钼酸铵：5% 溶液。

磷标准溶液：称取 0.2196 克磷酸二氢钾（优级纯）溶于水，移入 1000 毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液每毫升含 50 微克磷。

3. 分析步骤

称取 0.100 0 克试样，置于 100 毫升烧杯中，加 4 毫升硝酸，12 毫升盐酸，加热溶解并蒸发至近干。加 3 毫升盐酸蒸发以驱除硝酸，重复三次。加 60 毫升水以溶解残渣，用氢氧化钠溶液调节溶液至 pH6，加热至 70℃ 左右，在搅拌下滴加亚硝酸钠溶液至不再有金的沉淀生成，再过量两滴。加热煮沸 5 分钟，放冷。用致密定性滤纸过滤于 100 毫升容量瓶中，用盐酸酸化水洗涤沉淀 7~8 次，最后用水稀释至刻度，混匀。

吸取 25.00 毫升上述溶液于 50 毫升烧杯中，加热蒸发至 2~3 毫升，冷却。滴加硫酸（1:5）使亚硝酸钠分解，直至不再产生棕色气体，再过量两滴，吹入少量水，加热驱除部分酸。再加 10 毫升水，煮沸，充分驱除尽二氧化氮。放冷。转移至 100 毫升容量瓶中，加 4 毫升硫酸（1:5）、1 毫升硫酸铜溶液，加水至 60 毫升左右，加入 10 毫升硫脲溶液，混匀。加 5 毫升钼酸铵溶液，放置 15 分钟后用水稀释至刻度，混匀。放置 1 小时后，用 1 厘米液槽，于分光光度计波长 680 毫微米处，以试剂空白作参比溶液，测量吸光度。

标准曲线的绘制：吸取 0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、6.00、8.00 毫升磷标准溶液，分别置于一组 100 毫升容量瓶中。按分析步骤操作并测量吸光度，绘制标准曲线。

磷的百分含量按下式计算：

国 家 标 准 总 局 发 布
中 华 人 民 共 和 国 冶 金 工 业 部 提 出

1979 年 10 月 1 日 实 施
冶 金 工 业 部 贵 金 属 研 究 所 起 草