



中华人民共和国国家军用标准

FL 6200

GJB 950.3A-2008
代替 GJB 950.8-1990

贵金属及其合金微量元素分析方法 第3部分：电感耦合等离子体原子发射 光谱法测定铂合金中微量钯、铑

*Analysis methods for minor elements of precious metals and their alloys—
Part 3: Determination of minor palladium and rhodium in platinum alloys by
inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method*

2008-03-17 发布

2008-10-01 实施

国防科学技术工业委员会 发布

前 言

GJB 950A《贵金属及其合金微量元素分析方法》分为3个部分：

- a) 第1部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法测定金及金合金、银及银合金、钯合金中微量铅、铋、铟、铁；
- b) 第2部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铂及铂合金、钯合金中微量金、铁；
- c) 第3部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铂合金中微量钯、铑。

本部分为 GJB 950A 的第3部分。

本部分代替 GJB 950.8—1990。

本部分与 GJB 950.8—1990 相比主要变化如下：

——所用术语、符号及计量单位等，按 GB/T 20001.4—2001、GJB 6000—2001 等有关标准的要求进行了更改；

——由于所测钯、铑元素含量较低，取消了内标元素的加入；

——扩大了测定的合金范围，增加了 PtIr-10 的分析。

本部分由原国家经济贸易委员会军品配套办公室提出。

本部分由中国有色金属工业标准计量质量研究所负责归口。

本部分起草单位：北京航空材料研究院。

本部分主要起草人：庞晓辉、于长珍、杨春晟。

GJB 950.8 于 1990 年 10 月首次发布。

贵金属及其合金微量元素分析方法

第 3 部分：电感耦合等离子体原子发射 光谱法测定铂合金中微量钯、铑

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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，并符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本部分规定了用电感耦合等离子体原子发射光谱法(ICP-AES)测定铂合金中微量钯、铑的方法原理、试剂、仪器及装置、取制样、分析步骤、结果计算和允许差。

本部分适用于 Pt90Ir、Pt75Ir 合金中微量钯、铑的测定。

测定范围见表 1。

表 1 测定范围

元素	测定范围 %
Pd	0.02~0.10
Rh	0.04~0.20

2 方法原理

试料用盐酸与硝酸的混合酸溶解，将溶液稀释至一定体积。于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在选定的条件下，测量试液中钯和铑的含量。

3 试剂

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

3.1 盐酸， ρ 约 1.19g/mL。

3.2 硝酸， ρ 约 1.42g/mL。

3.3 盐酸，5+95。

3.4 混合酸。

4 单位体积的盐酸(3.1)与 1 单位体积的硝酸(3.2)相混和，用时现配。

3.5 钯标准贮存溶液，1.000mg/mL。

称取 0.2000g 纯钯(质量分数不小于 99.99%)置于 150mL 烧杯中，加入 20mL 混合酸(3.4)，盖上表面皿，中温加热至钯完全溶解，冷却至室温，用水冲洗表面皿、烧杯，移入 200mL 容量瓶中，用盐酸(3.3)稀释至刻度，混匀。

3.6 钯标准溶液，50.0 μ g/mL。

移取 10.00mL 钯标准贮存溶液(3.5)置于 200mL 容量瓶中，加入 20mL 混合酸(3.4)，用水稀释至刻度，混匀。

3.7 铑标准贮存溶液，0.500mg/mL。

称取 0.1000g 铑粉(质量分数不小于 99.99%)置于密封杯(见图 1)中，加入 20mL 混合酸(3.4)，盖好杯盖，将下垫片放入套体内，平稳地将密封杯放于钢套体中，加上垫片、盖板，盖好钢套盖，拧紧螺栓，