ICS 39.060

Y 88

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T xxx.x－20xx

­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­­

海绵钯化学分析方法

海绵钯中镁、铝、铬、锰、铁、镍、铜、锌、钌、铑、银、

锡、铱、铂、金、铅、铋的测定

电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of – palladiumDetermanation of magnesium ,aluminium，chromium, manganese,iron, nickel, copper, zinc,ruthenium,rhodium, argentum, tin,iridium, platinum, gold, lead, bismuthcontent-

Inductivetycoupled plasma massspectrometry

（送审稿）

××××-××-××发布

××××-××-××实施

前 言

本标准是按照 GB/T1.1-2009 给出的规则起草的。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本标准由北京有色金属研究总院负责起草。

本标准由广州有色金属研究总院、贵研铂业、北京矿冶研究总院、中国有色桂林矿产地质研究有限公司、铜陵有色稀贵金属分公司、西北有色金属研究院、有研亿金参加起草。

本标准主要起草人： 张金娥、李娜、刘英·············。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

海绵钯化学分析方法

海绵钯中镁、铝、铬、锰、铁、镍、铜、锌、钌、铑、银、

锡、铱、铂、金、铅、铋的测定

电感耦合等离子体质谱法

**1范围**

本标准规定了海绵钯中镁、铝、铬、锰、铁、镍、铜、锌、钌、铑、银、

锡、铱、铂、金、铅、铋的测定方法。

本标准适用于海绵钯中镁、铝、铬、锰、铁、镍、铜、锌、钌、铑、银、

锡、铱、铂、金、铅、铋的测定。测定范围如表1所示。

表1各元素测定范围

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定范围/% | 元素 | 测定范围/% | 元素 | 测定范围/% |
| Mg | 0.0001~0.01 | Cu | 0.0001~0.01 | Ir | 0.0001~0.03 |
| Al | 0.0001~0.01 | Zn | 0.0001~0.01 | Pt | 0.0001~0.03 |
| Cr | 0.0001~0.01 | Ru | 0.0001~0.04 | Au | 0.0001~0.03 |
| Mn | 0.0001~0.01 | Rh | 0.0001~0.03 | Pb | 0.0001~0.01 |
| Fe | 0.0001~0.01 | Ag | 0.0001~0.01 | Bi | 0.0001~0.01 |
| Ni | 0.0001~0.01 | Sn | 0.0001~0.01 |  |  |

**2 方法提要**

试样以盐酸、硝酸混合酸溶解，用电感耦合等离子体质谱法直接测定镁、铝、锰、铁、镍、铜、锌、钌、铑、银、锡、铱、铂、金、铅、铋的含量。

**3 试剂与材料**

除非另有说明外，在分析中仅使用确认为高纯的试剂和二次蒸馏水或相当纯度（电阻率≥18.2MΩ.cm-1）的水。

3.1 硝酸 (ρ1.42g/mL) ，MOS级。

3.2 盐酸 (ρ1.19g/mL) ，MOS级。

3.3 过氧化氢（ρ1.44g/mL），MOS级。

3.4 硝酸（1+1），现配现用。

3.5 盐酸（1+1），现配现用。

3.6 盐酸（1+4），现配现用。

3.7 混合酸，1 体积硝酸（3.4）和 3 体积盐酸（3.5）混匀，用时现配。

3.8 镁标准贮存溶液：将氧化镁(wMgO≥99.99%)预先在 600℃灼烧1h，置于干燥器中冷至室温。称取0.1658g氧化镁于200mL烧杯中，加入少量水润湿，加入5mL盐酸（3.5），盖上表面皿，溶解完全，移入100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL 含1mg 镁。

3.9 铝标准贮存溶液：称取0.1000g金属铝（wAl≥99.99%），置于200mL烧杯中，加入5mL盐酸（3.5），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（3.5），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1.0mg 铝。

3.10 铬标准贮存溶液：称取0.2829g重铬酸钾（基准试剂），置于200mL烧杯中，加入50mL水溶解，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铬。

3.11 锰标准贮存溶液：称取0.5000g金属锰[w(Mn)≥99.99%]，置于200mL烧杯中，加入30mL硝酸（3.4），加热溶解，冷却，移入500mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg锰。

3.12 铁标准贮存溶液：称取0.5000g金属铁[w(Fe)≥99.99%]，置于200mL烧杯中，加入30mL硝酸（3.4），盖上表皿，低温溶解，驱除氮的氧化物，取下，冷却，移入500mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铁。

3.13 镍标准贮存溶液：称取0.5000g金属镍[w(Ni)≥99.99%]，置于200mL烧杯中，加入30mL硝酸（3.4），加热溶解，冷却，移入500mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg镍。

3.14 铜标准贮存溶液：称取0.5000g铜[w(Cu)≥99.99%]，置于200mL烧杯中，加入40mL硝酸（3.5），低温加热溶解，驱除氮的氧化物，取下，冷却，移入500mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铜。

3.15 锌标准贮存溶液：称取0.5000g金属锌[w(Zn)≥99.99%]，置于200mL烧杯中，加入30mL硝酸（3.4），低温加热溶解，驱除氮的氧化物，取下，冷却，移入500mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg锌。

3.16 钌标准贮存溶液：称取0.1000g钌粉（wRu≥99.99%），置于50mL玻璃管中，加入8mL盐酸（3.2），2mL过氧化氢（3.3），封管。在150℃下溶解48h，冷却、开管。将管内试液洗入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL含1mg钌。

3.17 铑标准贮存溶液：将高纯氯铑酸铵[w (NH4)3RhCl6≥99.99%]预先于105℃烘箱中干燥两小时并置于干燥器中冷至室温。称取0.3593g高纯氯铑酸铵于100mL烧杯，加入20mL盐酸（3.2），溶解后移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铑。

3.18 银标准贮存溶液：称取0.5000g金属银（wAg≥99.99%），置于200mL 烧杯中，加入30mL硝酸（3.4），盖上表面皿，加热溶解，冷却，移入500mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含 1mg银。

3.19 锡标准贮存溶液：称取0.5000g金属锡（wSn≥99.99%），置于200mL 烧杯中，加入50mL盐酸（3.2），盖上表面皿，加热溶解，冷却，移入 1000mL 容量瓶中，用盐酸（3.6）稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg锡。

3.20 铱标准贮存溶液：称取0.1000g铱粉（wIr≥99.99%），置于50 mL玻璃管中，加入8mL盐酸（3.2），2 mL过氧化氢（3.3），封管。在150℃下溶解48h，冷却、开管。将管内试液洗入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（3.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铱。

3.21 铂标准贮存溶液：称取0.1000g金属铂（wPt≥99.99％）于200mL烧杯中，加入10mL混合酸（3.7），盖上表面皿，在电热板上加热至全部溶解，蒸发至尽干，取下稍冷。加入10mL盐酸（3.2），煮沸至驱尽氮的氧化物，取下冷却，将溶液移入500mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铂。

3.22 金标准贮存溶液：称取0.1000g金[wAu≥99.99%]，置于200mL烧杯中，加入5mL混合酸（3.7），加热至完全溶解，蒸发至尽干，取下稍冷，加入10mL盐酸（3.2），煮沸驱除氮的氧化物，取下冷却，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg金。

3.23 铅标准贮存溶液：称取0.5000g金属铅[wPb≥99.99%]，置于200mL烧杯中，加入50mL硝酸（3.1），加热溶解，冷却，移入500mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铅。

3.24 铋标准贮存溶液：称取0.5000g金属铋（wBi≥99.99%），置于200mL烧杯中，加入30mL硝酸（3.1）,低温加热溶解完全，移入500mL容量瓶中，用盐酸（3.6）稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1.0mg 铋。

3.25 钪标准贮存溶液：称取1.534g氧化钪 (Sc2O3)于200mL烧杯中，加入50mL硝酸（3.4），加热溶解，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg钪。

3.26 铯标准贮存溶液：称取1.533g氯化铯(CsCl2)于200mL烧杯中，加入50mL硝酸（3.4），加热溶解，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铯。

3.27 铼标准贮存溶液：称取0.100 0g金属铼（质量分数≥99.99%）,置于200mL烧杯中，加入3mL盐酸（3.2），1mL硝酸（3.1），低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（3.5），用水稀释至刻度。混匀。

3.28混合标准溶液Ⅰ：分别移取1.00mL标准贮存溶液（3.8～3.15,3.19,3.23,3.24）于100mL容量瓶中，补加10mL盐酸（3.5），稀释至刻度，混匀。此溶液1mL分别含镁、铝、铬、锰、铁、镍、铜、锌、锡、铅和铋各10µg。

3.29 混合标准溶液Ⅱ：分别移取1.00mL标准贮存溶液（3.16～3.17,3.20~3.22）于100mL容量瓶中，补加10mL盐酸（3.5），稀释至刻度，混匀。此溶液1mL分别含钌、铑、铱、金、铂各10µg。

3.30混合标准溶液Ⅲ：移取1.00mL标准贮存溶液（3.18）于100mL容量瓶中，补加10mL硝酸（3.4），稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含银10µg。

3.31混合标准溶液Ⅳ：移取1.00mL标准贮存溶液（3.25~3.27）于100mL容量瓶中，补加10mL硝酸（3.4），稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含钪、铯、铼各10µg。

**4 仪器**

电感耦合等离子体质谱仪：质量分辨率优于（0.8±0.1）amu。

**5 试样**

试样为直径不大于1mm的颗粒。

**6分析步骤**

6.1 试料

称取 0.10g 试样，精确至 0.0001g。

6.2 测定次数

独立进行两次测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试样做空白试验。

6.4 测定

6.4.1将试料（6.1）置于 200mL 烧杯中，加入 5mL 混合酸（3.7），加热至试料完全溶解，冷却后移入 100mL 容量瓶，加入0.10mL 10μg/mL Sc,Cs,Re混合内标溶液（3.31），用水定容，混匀。

6.4.2按仪器工作条件，用电感耦合等离子体质谱仪测定镁、钛、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、钌、铑、钯、银、镉、锡、锑、铱、铂、铅、铋的质量浓度。

6.5 工作曲线的绘制

标准溶液Ⅰ：分别移取0mL、0.10mL、0.20mL、0.40mL、0.60mL、0.80 mL、1.20 mL、1.50 mL混合标准溶液Ⅰ（3.28）和混合标准溶液Ⅱ（3.29），于一系列100mL容量瓶中，加入0.10mL混合内标溶液（3.31），补加5mL硝酸（3.4），用水定容至刻度，混匀。此标准系列溶液1mL含镁、铝、锰、铁、镍、铜、锌、钌、铑、锡、铱、铂、金、铅、铋依次为0ng、10.0ng、20.0ng、40.0ng、60.0ng、80.0ng、120ng、150 ng。

标准溶液Ⅱ：分别移取0mL、0.10mL、0.20mL、0.40mL、0.60mL、0.80 mL、1.20 mL标准溶液Ⅲ（3.30），于一系列100mL容量瓶中，加入1.00mL混合内标溶液（3.31），补加5mL硝酸（3.4），用水定容至刻度，混匀。此标准系列溶液1mL含银依次为0ng、10.0ng、20.0ng、40.0ng、60.0ng、80.0ng、120 ng。

**7分析结果的计算**

按式(1)计算测定元素的质量分数,数值以%表示：



式中：*ρ0*—空白溶液的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

*ρ*x—试料溶液的质量浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

*m*—试料的质量，单位为克（g）；

*V 1*—试液的总体积，单位为毫升（mL）；

*V 2*—试液的测定体积，单位为毫升（mL）；

*V 3*—试液的分取体积，单位为毫升（mL）；

计算结果表示到小数点后两位有效数字。

**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5数据采用线性内插法求得。

表1 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 重复性限(r)/% | 元素 | 质量分数/% | 重复性限(r)/% |
| Mg | 0.00035 | 0.00010 | Rh | 0.00015 | 0.00008 |
| 0.0014 | 0.00022 | 0.0012 | 0.00020 |
| 0.0052 | 0.00038 | 0.0079 | 0.00068 |
| 0.0098 | 0.00055 | 0.0245 | 0.0011 |
| Al | 0.00022 | 0.00009 | Ag |  |  |
| 0.0012 | 0.00019 | 0.0011 | 0.00021 |
| 0.0050 | 0.00036 | 0.0052 | 0.00033 |
| 0.0098 | 0.00051 | 0.0098 | 0.0010 |
| Cr |  |  | Sn |  |  |
| 0.0012 | 0.00031 | 0.0010 | 0.00020 |
| 0.0053 | 0.00043 | 0.0051 | 0.00046 |
| 0.0098 | 0.00074 | 0.0103 | 0.0080 |
| Mn |  |  | Ir |  |  |
| 0.00094 | 0.00012 | 0.0032 | 0.00032 |
| 0.0051 | 0.00030 | 0.0095 | 0.0012 |
| 0.0099 | 0.00098 | 0.0267 | 0.0014 |
| Fe | 0.00020 | 0.00010 | Pt | 0.0059 | 0.0004 |
| 0.0012 | 0.00025 | 0.0072 | 0.0007 |
| 0.0053 | 0.00050 | 0.0142 | 0.0012 |
| 0.0100 | 0.00095 | 0.030 | 0.0013 |
| Ni |  |  | Au | 0.0003 | 0.00008 |
| 0.0011 | 0.00023 | 0.0011 | 0.00023 |
| 0.0050 | 0.00045 | 0.0074 | 0.00094 |
| 0.0099 | 0.0010 | 0.0211 | 0.0015 |
| Cu |  |  | Pb |  |  |
| 0.0012 | 0.00022 | 0.00098 | 0.00032 |
| 0.0052 | 0.00045 | 0.0050 | 0.00060 |
| 0.0099 | 0.0010 | 0.0098 | 0.00089 |
| Zn | 0.0015 | 0.00025 | Bi |  |  |
| 0.00097 | 0.00024 | 0.00098 | 0.00019 |
| 0.0053 | 0.00045 | 0.0051 | 0.00060 |
| 0.0095 | 0.00089 | 0.0096 | 0.00078 |
| Ru |  |  |  |  |  |
| 0.0010 | 0.00015 |  |  |
| 0.0079 | 0.00087 |  |  |
| 0.0243 | 0.0015 |  |  |

8.2再现性

在再现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）按表6数据采用线性内插法求得。

表2 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数/% | 再现性限  (R)/% | 元素 | 质量分数/% | 再现性限  (R)/% |
| Mg | 0.00035 | 0.00015 | Rh | 0.00015 | 0.00010 |
| 0.0014 | 0.00025 | 0.0012 | 0.00025 |
| 0.0052 | 0.00045 | 0.0079 | 0.0010 |
| 0.0098 | 0.00060 | 0.0245 | 0.0015 |
| Al | 0.00022 | 0.00012 | Ag |  |  |
| 0.0012 | 0.00023 | 0.0011 | 0.00025 |
| 0.0050 | 0.00040 | 0.0052 | 0.00054 |
| 0.0098 | 0.00055 | 0.0098 | 0.0012 |
| Cr |  |  | Sn |  |  |
| 0.0012 | 0.00035 | 0.0010 | 0.00025 |
| 0.0053 | 0.00045 | 0.0051 | 0.00085 |
| 0.0098 | 0.00080 | 0.0103 | 0.0010 |
| Mn |  |  | Ir |  |  |
| 0.00094 | 0.00015 | 0.0032 | 0.00050 |
| 0.0051 | 0.00034 | 0.0095 | 0.0015 |
| 0.0099 | 0.0011 | 0.0267 | 0.0020 |
| Fe | 0.00020 | 0.00010 | Pt | 0.0059 | 0.0009 |
| 0.0012 | 0.00030 | 0.0072 | 0.0013 |
| 0.0053 | 0.00050 | 0.0142 | 0.0015 |
| 0.0100 | 0.0011 | 0.030 | 0.0020 |
| Ni |  |  | Au | 0.0003 | 0.00010 |
| 0.0011 | 0.00025 | 0.0011 | 0.00025 |
| 0.0050 | 0.00060 | 0.0074 | 0.0011 |
| 0.0099 | 0.0012 | 0.0211 | 0.0015 |
| Cu |  |  | Pb |  |  |
| 0.0012 | 0.00030 | 0.00098 | 0.00050 |
| 0.0052 | 0.00060 | 0.0050 | 0.00065 |
| 0.0099 | 0.0011 | 0.0098 | 0.0010 |
| Zn | 0.0015 | 0.00030 | Bi |  |  |
| 0.00097 | 0.00030 | 0.00098 | 0.00020 |
| 0.0053 | 0.00060 | 0.0051 | 0.00080 |
| 0.0095 | 0.00012 | 0.0096 | 0.0010 |
| Ru |  |  |  |  |  |
| 0.0010 | 0.00020 |  |  |
| 0.0079 | 0.0010 |  |  |
| 0.0243 | 0.0024 |  |  |

**9 试验报告**

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

*——* 试样；

*——* 使用的标准，YS/T XX-XX；

*——* 使用的方法；

*——* 分析结果及其表示；

*——* 与基本分析步骤的差异；

*——* 测定中观察的异常现象；

*——* 实验日期。