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

编 制 说 明

北京有色金属研究总院

2015年4月

编制说明

标准项目名称：《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 任务来源及计划要求**

根据工信厅科[2013]163号文件有关《海绵钯化学分析方法》等行业标准制（修）订任务落实和会议纪要的要求， 《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》由北京有色金属研究总院负责起草，该分析方法为新增项目，项目要求2015年完成。

**2 标准项目申报单位简况**

本部分由北京有色金属研究总院分析测试技术研究所负责起草，该所又称国家有色金属及电子材料分析测试中心，是十四个国家级分析测试中心之一。中心 1992年通过计量认证，2001年通过实验室国家认可。中心拥有雄厚的技术力量，先进的仪器，齐全的分析方法，以及与国际接轨的质量管理体系（ISO/IEC17025），是国家有色金属及电子材料的权威检测机构，同时是国家分析测试标准的主要起草单位之一。中心积极面向市场，服务社会，为我国有色金属工业的发展和科技进步做出了积极贡献。中心承担了国家科技支撑项目、国家863计划、国家自然科学基金，军工配套等计划项目的研究。

**3、主要工作工程**

3.1 分析方法标准编制原则

制定海绵钯化学分析方法一方面应满足现行产品标准技术参数检测需要，正确反映我国锡生产的实际质量水平，另一方面应考虑我国现阶段分析检测水平的实际和世界先进技术发展的趋势，正确兼顾技术先进性、经济合理性的统一。

3.2 主要工作过程和工作内容

海绵钯目前主要应用于电气仪表，化学工业及制造精密合金等工业用，由于钯的价格相对较低，钯首饰的研究也逐渐增长，各种杂质的含量对仪器的性能，首饰的硬度，色泽都有很大的影响。

首先对现有的海绵钯的痕量分析方法进行调研，再通过对相关方法实验进行研究，编制了实验研究报告，并征求了相关方的修订意见，委托复验单位进行验证。通过对有关资料和信息的收集与调研，确定采用电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）分析海绵钯中杂质含量的方法是可行的，该方法具有多元素快速分析，样品处理简单，分析灵敏度高，杂质检出限低等优点。项目小组在实验研究基础上进一步确立了方法标准的技术要素、仪器参数和性能指标等，于2014年12月完成了标准送审稿，并于2015年4月在湖南长沙进行了终审。

**4标准制订的主要内容与论据**

4.1 杂质检测方法的确定

本部分采用电感耦合等离子体质谱法对海绵钯进行分析检测。该方法具有一定技术先进性。目前海绵钯中杂质的分析方法有电感耦合等离子体原子反射光谱法（ICP-AES），该方法的检出限比电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）的检出限低，不能够进行痕量或超痕量杂质的测定。

4.2 测定元素种类及测定范围

本部分规定了海绵钯中镁、铝、铬、锰、铁、镍、铜、锌、钌、铑、银、锡、铱、铂、金、铅、铋的测定方法。

本部分适用于海绵钯中镁、铝、铬、锰、铁、镍、铜、锌、钌、铑、银、锡、铱、铂、金、铅、铋的测定，测定范围见表1。

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 |  |  |

4.3 标准主要技术内容

本标准文本按照GB/1.1-2009 《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》等的规定进行编写。

标准中简述了测定方法原理，确定了测定范围、所用试剂、制样要求、仪器测定条件及校验、元素质量数的选择、分析操作步骤、数据处理、以及分析方法评价（RSD）等技术内容。

**5主要技术参数说明**

5.1 ICP-MS主要参数设置

利用电感耦合等离子体质谱仪的优化程序，选择了折衷的仪器测量参数，见表2。

表2　仪器测量参数

|  |  |
| --- | --- |
| 项目 | 工作参数 |
| RF Power （W） | 1500 |
| Carrier gas（L/min） | 0.70 |
| Sample Depth （mm） | 7.5 |
| RF Matching （V） | 1.76 |

5.2 分析谱线的选择

按照被测同位素无干扰、丰度高的原则，选择了海绵钯中被测杂质元素，列于表3中。

表3 被测元素同位素的选择

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量数 | 检测模式 | 元素 | 质量数 | 检测模式 | 元素 | 质量数 | 检测模式 |
| Mg | 24 | Ar | Cu | 63 | Ar | Ir | 193 | Ar |
| Al | 27 | Ar | Zn | 66 | Ar | Pt | 195 | Ar |
| Cr | 52 | H2 | Ru | 101 | Ar | Au | 197 | Ar |
| Mn | 55 | Ar | Rh | 103 | Ar | Pb | 208 | Ar |
| Fe | 56 | H2 | Ag | 107 | Ar | Bi | 209 | Ar |
| Ni | 60 | Ar | Sn | 118 | Ar |  |  |  |

5.3精密度

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差不大于再现性限（*R*），超过再现性限（*R*）的情况不超过5%，再现性限（*R*）按表4数据采用线性内插法获得：

表4 精密度数据

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 |  |  |

**6、验证的情况与结果**

本分析标准实验研究结果见实验报告，验证单位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、有研亿金负责完成。

**7、国内外相关标准的对比分析及评价**

从调研相关方法标准的制定情况看，目前还并没有制定有电感耦合等离子体质谱法分析检测海绵钯的行业标准和国家标准，通常只有企业自己制定的标准。本标准填补了国内空白，并且是首次制定，并且具有分析速度快、操作简单、方法容易掌握等特点。

本标准采用电感耦合等离子体质谱法分析检测海绵钯中痕量杂质元素，相对于传统化学法等方法，具有分析元素多、检出限低、分析范围广、检测速度快等优点。该分析标准的制定及实施将有力地推动我国海绵钯工业的发展。

**8、与现行法规、标准的关系**

本标准适用于海绵钯中低至ng/g量级痕量元素的测定。本标准属于首次制定，与现行标准无冲突。本标准完全满足现行国家法规的要求，适用于海绵钯中痕量杂质元素的分析检测，其测定范围合理，准确度和精密度完全满足海绵钯产品的标准技术要求，具有快速、准确的特点。本标准文本内容表述合理，格式规范。

**9、实施标准的要求和措施的建议**

本标准只针对采用电感耦合等离子体质谱法进行海绵钯分析时提出了一些通用性准则，可能因仪器设备型号、硬件参数设定不同以及具体使用情况的差异，在样品检测结果上会有一定的差异，因此仍需要操作者进行相关技术细节的深入研究，以获得可靠性数据。

建议颁布本部分标准为行业标准。

**10、其他要说明的事项**

无。

**11、参考资料清单**

GB/T 1.1-2003 标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写

GB/T 20001.4-2001 标准编写规则 第4部分 化学分析方法

GB/T 1467-2000 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729-1987冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB/T 20001.1-2001 标准编写规则 第1部分：术语