ICS 77.120.99

H 15

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T xxx.x－20xx

氯化钯化学分析方法 第2部分

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 –Palladium ChlorideDetermanation of magnesium ,aluminium，chromium, manganese,iron, nickel,copper,zinc,**

**ruthenium,rhodium, argentum, tin,iridium, platinum, gold, lead, bismuth content-Inductivetycoupledplasmamassspectrometry**

（预审稿）

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部发布

前 言

氯化钯化学分析方法》分为两个部分：

 第1部分：钯量的测定 丁二酮肟重量法

 第2部分：镁、铝、铬、锰、铁、镍、铜、锌、钌、铑、银、锡、铱、铂、金、铅、铋的测定 电感耦合等离子质谱法

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。

本标准负责起草单位：北京有色金属研究总院。

本标准参与起草单位：江西汉氏铂业股份有限公司、徐州浩通新材料科技股份有限公司、贵研铂业股份有限公司、浙江省冶金研究院、紫金矿业股份有限公司。

本标准主要起草人： 张金娥、陈雄飞、李娜、张晓、

氯化钯化学分析方法 第2部分

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**

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

本部分适用于氯化钯中镁、铝、硅、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

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 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 | Si | 0.00x~0.01 |

**2 方法提要**

试料以盐酸、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、铬、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优级纯试剂和电阻率不大于18.2MΩ.cm-1的一级水。

3.1 盐酸 (ρ1.19g/mL) ，MOS级。

3.2 硝酸 (ρ1.42g/mL) ，MOS级。

3.3 过氧化氢（ρ1.44g/mL），MOS级。

3.4 盐酸（1+1），用时现配。

3.5 硝酸（1+1），用时现配。

3.6 盐酸（1+4），用时现配。

3.7 混合酸：3体积盐酸（3.1）和1体积硝酸（3.2）混匀，用时现配。

3.8 镁标准贮存溶液：将氧化镁(*w*MgO≥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（3.4），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1000µg镁。

3.9 铝标准贮存溶液：称取0.1000g金属铝（*w*Al≥99.99%），置于200mL烧杯中，加入5mL盐酸（3.4），盖上表面皿，低温加热溶解完全，移入100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（3.4），用水稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1000µg铝。

3.10 硅标准贮存溶液：称取0.2139g预先在1000℃灼烧1h并干燥器中冷却至室温的二氧化硅（*w*SiO2≥99.9%）和5g无水碳酸钠，置于铂坩埚中混匀，放入950℃高温炉中熔融15min,冷却，移入烧杯中，加入300mL热水，加热搅拌，浸出熔块，用水洗净坩埚，冷却，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。立即移入干燥的聚乙烯塑料瓶中，此溶液1mL含1000µg硅。

3.11 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1000µg铬。

3.12 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（3.5），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1000µg锰。

3.13 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（3.5），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1000µg铁。

3.14 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（3.5），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1000µg镍。

3.15 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），盖上表面皿，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1000µg铜。

3.16 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（3.5），盖上表面皿，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1000µg锌。

3.17 钌标准贮存溶液：称取0.1000g钌粉（*w*Ru≥99.99%），置于50mL玻璃管中，加入8mL盐酸（3.1），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（3.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1mL含1000µg钌。

3.18 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（3.1），盖上表面皿，低温溶解，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1000µg铑。

3.19 银标准贮存溶液：称取0.5000g金属银（*w*Ag≥99.99%），置于200mL 烧杯中，加入30mL硝酸（3.5），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1000µg银。

3.20 锡标准贮存溶液：称取0.5000g金属锡（*w*Sn≥99.99%），置于200mL 烧杯中，加入50mL盐酸（3.1），盖上表面皿，加热溶解，冷却，移入500mL 容量瓶中，用盐酸（3.6）稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1000µg锡。

3.21 铱标准贮存溶液：称取0.1000g铱粉（*w*Ir≥99.99%），置于50 mL玻璃管中，加入8mL盐酸（3.1），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（3.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1000µg铱。

3.22 铂标准贮存溶液：称取0.5000g金属铂（*w*Pt≥99.99％）于200mL烧杯中，加入20mL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（3.1），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1000µg铂。

3.23 金标准贮存溶液：称取0.1000g金(*w*Au≥99.99%)，置于200mL烧杯中，加入5mL混合酸（3.7），盖上表面皿，加热至完全溶解，蒸发至尽干，取下稍冷，加入10mL盐酸（3.1），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1000µg金。

3.24 铅标准贮存溶液：称取0.5000g金属铅(*w*Pb≥99.99%)，置于200mL烧杯中，加入50mL硝酸（3.5），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1000µg铅。

3.25 铋标准贮存溶液：称取0.5000g金属铋（*w*Bi≥99.99%），置于200mL烧杯中，加入30mL硝酸（3.2），盖上表面皿，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1000µg铋。

3.26 钪标准贮存溶液：称取1.5340g氧化钪 (*w*Sc2O3≥99.99％)于200mL烧杯中，加入50mL硝酸（3.5），盖上表面皿，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1000µg钪。

3.27铯标准贮存溶液：称取1.5330g氯化铯(*w*CsCl2≥99.99％)于200mL烧杯中，加入50mL硝酸（3.5），盖上表面皿，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1000µg铯。

3.28铼标准贮存溶液：称取0.1000g金属铼（*w*Re≥99.99%）,置于200mL烧杯中，加入3mL盐酸（3.1），1mL硝酸（3.2），盖上表面皿，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1000µg铼。

3.29混合标准溶液Ⅰ：分别移取0.10mL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（3.4），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1µg。

3.30混合标准溶液Ⅱ：分别移取0.10mL 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（3.4），稀释至刻度，混匀。此溶液1mL分别含钌、铑、铱、金、铂各1µg。

3.31混合标准溶液Ⅲ：移取0.10mL标准贮存溶液（3.18）于100mL容量瓶中，补加10mL硝酸（3.5），稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含银1µg。

3.32混合标准溶液Ⅳ：移取1.00mL标准贮存溶液（3.25~3.29）于100mL容量瓶中，补加10mL硝酸（3.5），稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含钪、钇、铟、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。

被测元素镁、铝、硅、铬、锰、铁、镍、铜、锌、钌、铑、银、锡、铱、铂、金、铅和铋的测定同位素的推荐质量数和测定模式参见附录 A.1。

**5分析步骤**

5.1 试料

称取 0.10g 试样，精确至 0.0001g。

5.2 测定次数

独立进行两次测定，取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1将试料（6.1）置于 100mL 烧杯中，加入10mL 盐酸（3.4），加热至试料完全溶解，冷却，移入100 mL容量瓶中，加入混合内标溶液（3.34），用水稀释至刻度，混匀。

5.4.2按仪器工作条件，用电感耦合等离子体质谱仪测定镁、铝、铬、锰、铁、镍、铜、锌、钌、铑、银、锡、铱、铂、金、铅、铋的质量浓度。

5.5 工作曲线的绘制

标准溶液Ⅰ：分别移取0mL、0.10mL、0.20mL、0.50mL、1.00mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL混合标准溶液Ⅰ（3.29）、混合标准溶液Ⅱ（3.30）和混合标准溶液Ⅱ（3.31），于一系列100mL容量瓶中，加入0.10mL混合内标溶液（3.32），补加10mL盐酸（3.4），用水稀释至刻度，混匀。此标准系列溶液1mL含镁、铝、锰、铁、镍、铜、锌、钌、铑、银、锡、铱、铂、金、铅、铋依次为0ng、1ng、2ng、5ng、10.0ng、20.0ng、40.0ng、60.0ng、80.0ng、100.0ng。此标准溶液用时现配。

**6分析结果的计算**

按式(1)计算测定元素的质量分数*w*x,数值以%表示：

 $w\_{x}=\frac{\left(ρ\_{x}-ρ\_{0}\right)∙v×10^{-9}}{m}×100\%\cdots \cdots \cdots \cdots \cdots \cdots \cdots \cdots \cdots \cdots \cdots （1）$

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* —试液的测定体积，单位为毫升（mL）；

计算结果表示到两位有效数字。

**7精密度**

7.1 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%。

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

7.2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。

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

**8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。

附录A

(资料性附录）

推荐测定同位素质量数和内标组划分

A.1 推荐的镁、铝、铬、锰、铁、镍、铜、锌、砷、钌、铑、钯、银、镉、锡、锑、铱、铂、铅、铋测定同位素质量数和推荐测定模式，见表A.1。

表A.1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 |  |  |  |

A.2 内标组划分

采用45Sc、133Cs、185Re 作为内标元素，它们分别校正的元素为：

45Sc内标：Mg、Al、Cr。

133Cs内标：Mn、Fe 、Ni、Cu、Zn、Ru、Rh、Ag、Sn。

185Re内标：Ir、Pt、Au、Pb、Bi。