ICS 77.120.99

H 68

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T xxx.x－xxxx

1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯化学分析方法

第2部分：铜、铅、镍、镉、铁、金、铝量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

**Methods for chemical analysis of bis(diphenylphosphino)ethane]dichloropalladium(II)**

**Part 2：Determination of copper，lead，nickel，cadmium，iron，gold and aluminium contents**

**Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry**

（征求意见稿）

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T XXXX《1,2-双二苯基膦乙烷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：铜、铅、镍、镉、铁、金、铝量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为YS/T XXXX的第2部分。

本部分按照 GB/T1.1-2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本部分起草单位：江西省汉氏贵金属有限公司、有色金属技术经济研究院、北京有色金属研究院、广州有色金属研究院、贵研资源（易门）有限公司、江苏北矿金属循环利用科技有限公司、浙江省冶金研究院有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、江西悦诚科技有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司。

本部分主要起草人：xxxx、xxxx、xxxx、xxxx、xxxx、xxxx。

1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯化学分析方法

第2部分：铜、铅、镍、镉、铁、金、铝量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

YS/T xxxx的本部分规定了1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯中铜、铅、镍、镉、铁、金、铝量的测定方法。

本部分适用于1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯中铜、铅、镍、镉、铁、金、铝量的测定。测定范围0.0010%～0.0150%.

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸和高氯酸溶解，破坏有机物，在稀酸介质中，在电感耦合等离子体原子发射光谱仪选定的各被测元素最佳测作条件下，以标准曲线法测定试液中铜、铅、镍、镉、铁、金、铝被测元素浓度，计算1,2-双二苯基膦乙烷氯化钯中铜、铅、镍、镉、铁、金、铝的质量分数。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯或更高纯度的试剂和二次蒸馏水或相当纯度的水。

3.1 盐酸（ρ1.19g/mL）。

3.2 硝酸（ρ1.42 g/mL）。

3.3 高氯酸（ρ1.76 g/mL）。

3.4 盐酸（1+1）。

3.5 硝酸（1+1）。

3.6 盐酸（1+9）。

3.7 混合酸：以1体积硝酸（3.2）、3体积盐酸（3.1）和4体积水混合均匀。

3.8 铜标准贮存溶液：称取0.1000g金属铜（质量分数≥99.99%）于100mL烧杯中，加入20mL硝酸（3.5），盖上表面皿，低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1000µg铜。

3.9 铅标准贮存溶液：称取0.1000g金属铅（质量分数≥99.99%）于100mL烧杯中，加入20mL硝酸（3.5），盖上表面皿，低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1000µg铅。

3.10 镍标准贮存溶液：称取0.1000g金属镍（质量分数≥99.99%）于100mL烧杯中，加入20mL硝酸（3.5），盖上表面皿，低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1000µg镍。

3.11 镉标准贮存溶液：称取0.1000g金属镉（质量分数≥99.99%）于100mL烧杯中，加入20mL硝酸（3.5），盖上表面皿，低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1000µg镉。

3.12 铁标准贮存溶液：称取0.1000g金属铁粉（质量分数≥99.99%）于100mL烧杯中，加入20mL硝酸（3.5），盖上表面皿，低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1000µg铁。

3.13 金标准贮存溶液：称取0.1000g金属金（质量分数≥99.99%）于100mL烧杯中，加入20mL盐酸（3.1），6mL硝酸（3.2），盖上表面皿，低温加热溶解，挥发氮的氧化物，冷却至室温，移入100mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1000µg金。

3.14 铝标准贮存溶液：称取0.1000g金属铝（质量分数≥99.99%）于100m烧杯中，加入20mL盐酸（3.4），盖上表面皿，低温加热溶解，冷却至室温，将溶液移入100mL容量瓶中，用盐酸（3.6）稀释至刻度。混匀。此溶液1mL含1000µg铝。

3.15 铜、铅、镍、镉、铁、金、铝混合标准溶液：分别移取1.00mL铜、铅、镍、镉、铁、金、铝标准贮存溶液（3.8～3.14）于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含铜、铅、镍、镉、铁、金、铝各10µg。

3.16 氩气（质量分数≥99.99％）。

4 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

——分辨率：200nm时光学分辨率不大于0.008nm；400nm时光学分辨率不大于0.020nm。

——仪器稳定性：在仪器的最佳工作条件下，用1.0µg/mL的铜标准溶液测量11次，其发射强度的相对标准偏差不超过2.0%。

各元素分析线的选择见表1。

表1 测定元素分析线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 检测波长/nm | 元素 | 检测波长/nm |
| Al | 396.153 | Fe | 238.204 |
| Au | 267.595 | Ni | 221.648 |
| Cd | 228.802 | Pb | 217.000 |
| Cu | 327.393 |  |  |

5 试样

样品储存于密闭容器内，用时现称。

6 分析步骤

6.1 试料

称取0.50g试样，精确至0.0001 g。

6.2 平行试验

独立地进行两次测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(5.1)置于200mL烧杯中，加入15mL盐酸（3.1）和10mL硝酸（3.2），盖上表面皿，低温加热溶解。取下，冷却，加入10mL高氯酸（3.3），盖上表面皿，分解有机物至烧杯底部冒大量白烟。取下，冷却，加入3mL混合酸（3.7），盖上表面皿，煮沸。取下，冷却。

6.4.2 转入50mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

6.4.3 采用电感耦合等离子体原子光谱仪在选定的最佳仪器条件下按选定的各元素的波长，测定铜、铅、镍、镉、铁、金、铝的各元素的发射强度，减去试料空白试验溶液的强度，以工作曲线计算出铜、铅、镍、镉、铁、金、铝的含量。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 于一组50mL的容量瓶中，加入3mL混合酸（3.7），分别移取铜、铅、镍、镉、铁、金、铝混合标准溶液（3.15）0mL、0.50mL、2.50mL、5.00mL、10.00mL、20mL，以水定容，混匀。

6.5.2 在与测量试料溶液相同条件下，采用电感耦合等离子体光谱仪在选定的最佳仪器条件下按选定的各元素的波长，测定铜、铅、镍、镉、铁、金、铝各元素的发射强度，减去标准溶液中“零”浓度溶液的强度，以铜、铅、镍、镉、铁、金、铝各元素的浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。曲线方程的相关系数不小于0.9995。

7 分析结果计算

按式（1）计算被测杂质元素的质量分数*w*(x），数值以%表示：

……………………………(1)

式中：

*X*———待测元素（铜、铅、镍、镉、铁、金、铝）；

*ρ*———试料溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

ρ0———空白试液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V*———待测试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*———试料质量，单位为克（g）。

分析结果表示至小数点后四位。

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)，以大于重复性限(r)的情况不超过5%为前提。重复性限（r）按表2采用线性内插法或外延法求得。

表2重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Cu/% | 0.0013 | 0.0067 | 0.0146 |
| r/% | 0.0006 | 0.0011 | 0.0015 |
| *w*Pb/% | 0.0014 | 0.0063 | 0.0148 |
| r/% | 0.0005 | 0.0011 | 0.0017 |
| *w*Ni/% | 0.0016 | 0.0066 | 0.0147 |
| r/% | 0.0005 | 0.0009 | 0.0018 |
| *w*Cd/% | 0.0015 | 0.0066 | 0.0146 |
| r/% | 0.0005 | 0.0010 | 0.0017 |
| *w*Fe/% | 0.0015 | 0.0064 | 0.0146 |
| r/% | 0.0006 | 0.0009 | 0.0015 |
| *w*Au/% | 0.0015 | 0.0064 | 0.0144 |
| r/% | 0.0005 | 0.0009 | 0.0016 |
| *w*Al/% | 0.0014 | 0.0065 | 0.0145 |
| r/% | 0.0006 | 0.0011 | 0.0017 |

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3数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Cu/% | 0.0013 | 0.0067 | 0.0146 |
| R/% | 0.0009 | 0.0015 | 0.0021 |
| *w*Pb/% | 0.0014 | 0.0063 | 0.0148 |
| R/% | 0.0009 | 0.0016 | 0.0022 |
| *w*Ni/% | 0.0016 | 0.0066 | 0.0147 |
| R/% | 0.0008 | 0.0013 | 0.0021 |
| *w*Cd/% | 0.0015 | 0.0066 | 0.0146 |
| R/% | 0.0009 | 0.0015 | 0.0023 |
| *w*Fe/% | 0.0015 | 0.0064 | 0.0146 |
| R/% | 0.0009 | 0.0014 | 0.0021 |
| *w*Au/% | 0.0015 | 0.0064 | 0.0144 |
| R/% | 0.0008 | 0.0015 | 0.0023 |
| *w*Al/% | 0.0014 | 0.0065 | 0.0145 |
| R/% | 0.0009 | 0.0018 | 0.0025 |

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；

—— 本标准编号，YS/T XX-XX；

—— 使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

—— 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。