**高纯铅化学分析方法**

**第1部分: 银、镉、锰、铜、铋、铝、镍、锡、镁、锌和铁含量的测定**

**电感耦合等离子体质谱法**

编 制 说 明

（稿）

东方电气（乐山）峨半高纯材料有限公司

2024年3月

**《高纯铅化学分析方法 第1部分: 银、镉、锰、铜、铋、铝、镍、锡、镁、锌和铁含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》**

**国家标准编制说明**

一、工作简况

1、项目的必要性简述

铅是一种略带蓝色的银白色金属，但是在空气中很容易被空气中的氧气氧化，形成灰黑色的氧化铅，所以我们看到的铅常是灰色的。铅的延性弱，展性强，抗腐蚀性高，抗放射性穿透的性能好。作为常用的有色金属，铅的年产销量在有色金属中排在第四位(继铝、铜、锌后)。由于性能优良，铅、铅的化合物及其合金被广泛应用于蓄电池、电缆护套、机械制造、船舶制造、轻工、氧化铅等行业。

[铅](http://baike.asianmetal.cn/metal/pb/pb.shtml" \t "http://baike.asianmetal.cn/metal/pb/_blank)在地壳中的含量为0.0016%，储量比较丰富。自然界中，铅资源多以伴生矿形式存在，以铅为主的矿床和单一铅矿床的资源储量只占总储量的32.2%。主要含铅矿石有方铅矿(PbS)，白铅矿(PbCO3)和硫酸铅矿(PbSO4)。此外，少量铅还存在于各种铀矿和钍矿中。我国铅资源的总体特征是：贫矿多，富矿少；小型矿多，大型矿少；结构构造和矿物组成复杂的矿多，简单的矿少；基础保证年限不高。美国地质调查局2015年发布数据显示，目前全球已探明铅资源量共计20多亿吨，资源储量为8700万吨。铅在世界上的资源分布如下：

区域分布：世界上铅资源主要分布在欧洲东部俄罗斯的西伯利亚地区；亚洲中国中西部地区；澳洲的昆士兰州芒特艾萨，新南威尔士布罗肯希尔和埃卢拉，伍德朗，塔斯马尼亚州罗斯伯里，北澳麦克阿瑟河；北美洲南部美国密苏里东南区，密西西比河谷区，三州成矿区，雷德道格地区；北美墨西哥萨卡特卡斯州和圣路易斯波托西州和南美洲西部秘鲁东、西安第斯山脉之间的塞罗德帕斯科特以及莫罗科查等。

国家分布：世界上铅储量较多的国家澳大利亚、中国、俄罗斯、美国、秘鲁和墨西哥，这6国储量占全世界的87%，其中澳大利亚占比最大为40%，中国占16%，美国占6%，秘鲁占8%，墨西哥占6%，俄罗斯占11%；其他地区占13%。

据国土资源部发布公报显示，我国铅矿查明资源储量为7191.8金属万吨，铅储量1400万吨，从储量分布来看，内蒙古白音诺尔、云南兰坪金顶、湖南常水和湘西、广东凡口、甘肃西河和成县是我国主要铅[锌](http://baike.asianmetal.cn/metal/zn/zn.shtml" \t "http://baike.asianmetal.cn/metal/pb/_blank)资源分布地，其储量都超过100万吨，这5省的储量占全国总量的72%。根据中国铅锌矿产地的分布和建设条件，经40多年的发展建设，现已形成东北、湖南、两广、滇川、西北等五大铅锌采选冶和加工配套的生产基地，锌产量占全国总产量的95%，此外，内蒙古、江西、贵州等省区也建设了一批中小型矿山。

铅行业知名企业

目前全球领先的金属锗行业企业是美国：St. Joe Minerals Corporation, Desloge Consolidated Lead Company, NL Industries和Doe Run 道朗公司；加拿大：Teck Resources泰克公司；澳大利亚：Cannington 坎宁顿和BHP(Billiton)必和必拓；韩国：Korea Zinc 韩国高丽亚铅公司；英国：Xstrata 超达和Vedanta Resources(UK)万达塔资源公司等。

国内知名铅企：中金岭南、中色股份、罗平锌电、宏达股份、驰宏锌锗、豫光金铅、葫芦岛锌业股份有限公司、西部矿业、骆驼股份有限公司(蓄电池龙头公司)、南都电源、猛狮科技、风帆股份、汉中八一锌业、水口山有色金属、豫北金铅冶炼有限公司、临沂市利升铅业、焦作东方金铅、桂阳银星有色冶炼有限公司、湖南黄沙坪铅锌矿等。随着我国的经济不断发展，我国已是全球有色金属冶炼和加工重要国家，随着下游高纯铅、铅合金等技术的发展，高纯铅的用量逐年增加。项目的实施可以实现高纯度高纯铅的检测的更高精确度，随着疫情的影响，国际局势紧张化，在国外购销售困难较为突出的形式下，只有突破技术难点，打破国外技术的封锁，促进下游科研院所、企业的发展，同时提高公司在同类企业中的知名度和市场竞争力。本标准旨在修订高纯铅的电感耦合等离子体质谱法分析方法。

2、适用范围

本标准规定了高纯铅中金属杂质含量的测定方法，采用电感耦合等离子体质谱法测定高纯铅中银、镉、锰、铜、铋、铝、镍、锡、镁、锌和铁痕量杂质元素含量。

本标准适用于99.999%—99.99999%高纯铅中金属杂质含量的测定。测定范围1×10-7%—1000×10-7%。

**3、任务来源**

根据国标委文件精神，峨眉山市峨半高纯材料有限公司在2021年向全国有色金属标准化技术委员会提交《YST 229.1 纯铅化学分析方法 第1部分: 银、镉、锰、铜、铋、铝、镍、锡、镁、锌和铁含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》行业标准的项目建议书等材料，开展《YST 229.1 纯铅化学分析方法 第1部分: 银、镉、锰、铜、铋、铝、镍、锡、镁、锌和铁含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》行业标准的修订工作。

**4、起草单位情况**

峨眉山市峨半高纯材料有限公司是高纯材料的生产、研发的承担者，从事高纯金属及化合物的科研、试制、生产已经50余年，目前已完成二十余种元素材料和几十种化合物材料的生产工艺研究，形成多条产品生产线，工艺技术先进，产品质量水平国内领先，为推动我国化合物半导体的应用研究和发展作出了贡献。峨眉山市峨半高纯材料有限公司具备国内领先的检测设备，拥有有GD-MS\ICP-MS\ICP-OES等众多高精尖检测设备等多种分析设备，产品分析检测体系完善，可以满足公司高纯高端材料的全面检测要求，具备完成多种高纯元素及化合物材料分析检测的能力，并多次主持和参与国家及行业有关标准的制定和修订。

公司有充足的技术能力和标准修订工作经验，先后主导和参与起草多项国家标准及行业标准。

5、主要工作过程

5.1 2021年，由全国有色金属标准化技术委员会发函《关于征集2021年有色金属国家标准、行业标准、协会标准项目计划的通知》。随后，成立了以峨眉山市峨半高纯材料有限公司为主的标准修订小组，标准修订小组马上开展标准调研工作，开展对《YST 229.1 纯铅化学分析方法 第1部分: 银、镉、锰、铜、铋、铝、镍、锡、镁、锌和铁含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》标准的调研和申报材料编制工作。

5.2 2023年3月湖州会议项目落实，会上对《纯铅化学分析方法 第1部分: 银、镉、锰、铜、铋、铝、镍、锡、镁、锌和铁含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（草案）进行了讨论。主要有以下几个方面的改动：

a、用电感耦合等离子体质谱法取代化学光谱法。

b、去掉标准溶液配制改用国家标准样品，国家标准样品GSB 04-1712-2004(GSB 04-1712-2004只是货号)，国家标准样品是有国标规定的，参考《空气和废气检测分析方法第四版》、《水和废气检测方法》、GB 5009.268-2016等，国家标准样品的准确度很高，完全符合要求，使用国家标准样品还能避免样品配置的污染问题等。

c、基于产品标准YS/T 265《高纯铅》对化学成的要求，所以增加杂质元素镉、锌、锰的分析。

d、修改部分制样的规定，尽量简化制样流程，需要实验才能确定具体的改进流程。

e、按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定修改。

5.3 在任务落实工作会议上，完成《高纯铅化学分析方法 第1部分: 银、镉、锰、铜、铋、铝、镍、锡、镁、锌和铁含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》（草案）。

二、标准编制原则

本标准标准的起草过程中遵循以下原则

1）规范性：本标准是根据GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求进行编写的；

2）先进性：本方法为电感耦合等离子体质谱法具有很低的检出限；

3）适用性：本标准能够反映当前国内铅生产行业的技术水平，实用性强，能够满足生产和使用企业的需求，特别是高端应用方面的需求。

三、标准主要内容的确定依据

1、标准的名称确认

本标准是YS/T 265《高纯铅》的分析方法配套标准，目前实施《高纯铅化学分析方法 第1部分 银、铜、铋、铝、镍、锡、镁和铁量的测定 化学光谱法》，由于《高纯铅》中化学成分要求，经与相关单位专家讨论，决定采用电感耦合等离子体质谱法对金属铅的痕量杂质元素进行测定，标准题目与现有的金属铅的检测方法标准的对应检测对象名称一致，确定为《高纯铅化学分析方法 第1部分: 银、镉、锰、铜、铋、铝、镍、锡、镁、锌和铁含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》。

1. 检测项目的落实

YS T 265-2012《高纯铅》中产品涉及到杂质元素含量低，而电感耦合等离子体质谱在痕量元素方面具有具有检出限低，准确性高等特点。涉及到的杂质元素含量要求多为<0.00001%、<0.0000005%或者未检出。为了使建立的方法应用范围更广，结合电感耦合等离子体质谱仪的检测特点，标准拟对金属铅中的11种元素进行检测。

3、方法的测定范围

结合金属铅产品要求的需要，及电感耦合等离子体质谱的测定能力，其余元素的测定范围为1µg/kg~1000µg/kg。

4、样品前处理

4.1 铅熔解后加工成小颗粒或粉状。

4.2 样品以硝酸低温加热溶解后，加入一定量硫酸在80-90℃下，使铅生成硫酸铅沉淀与杂质分离，冷却后定容，以电感耦合等离子体质谱法直接测定杂质含量。

5、 仪器工作参数的确定依据

因为全球电感耦合等离子体质谱仪也就是固定的几个型号，这几家仪器厂家不同，型号不同，所需的仪器参数不尽相同，但是在测试前必须通过调节满足灵敏度和分辨率的要求。但基本上的金属铅电感耦合等离子体质谱方法的共性要求是：质量分辨率优于（0.8±0.1）amu；对由工作气体 Ar 产生的复合干扰离子如40Ar16O+具有消除功能。

6、 元素同位素及分辨率的确定依据

对于同位素的选择，优先选择丰度大且干扰小的同位素。在金属铅的测定中，主要有基体的双电荷干扰。

综上，本元素测定元素种类及选择的同位素质量数见表1。

表1 元素种类及同位素质量数

| 元素 | 同位素质量数 | 元素 | 同位素质量数 |
| --- | --- | --- | --- |
| Mg | 24 | Cu | 63 |
| Al | 27 | Ag | 107 |
| Fe | 56 | Sn | 118 |
| Ni | 60 | Bi | 209 |
| Mn | 55 | Zn | 64 |
| Cd | 111 |  |  |

7.试验验证及精密度情况

7.1 重复性。

7.2 再现性。

7.3 因为电感耦合等离子体质谱仪分析方法的特点，对《高纯铅化学分析方法 第1部分: 银、镉、锰、铜、铋、铝、镍、锡、镁、锌和铁含量的测定 电感耦合等离子体质谱法》的检测重现性及再现性做规定，根据该仪器检测方法及历史检测数据和相关验证单位的检测报告，根据电感耦合等离子体质谱法测定痕量元素的一般规定及要求，在标准文本中对允许相对标准偏差做规定，实验室内和实验室之间分析结果的相对偏差规定要求见下表2和表3

表2 实验室之间允许相对偏差

|  |  |
| --- | --- |
| 元素含量范围*w/*(µg/kg) | 允许相对偏差/% |
| ≥1～10 | 200 |
| ≥10～50 | 150 |
| ≥50～200 | 100 |
| ≥200～1000 | 50 |

表3 实验室之间允许相对偏差

|  |  |
| --- | --- |
| 元素含量范围*w/*(µg/kg) | 允许相对偏差/% |
| ≥1～10 | 300 |
| ≥10～50 | 200 |
| ≥50～200 | 150 |
| ≥200～1000 | 50 |

四、主要试验（或验证）情况的分析及报告

试验验证报告。

五、标准水平分析

随着社会的发展和技术进步，随着铅的高端应用的拓展，提供电感耦合等离子体质谱仪测定的金属铅的杂质检测报告成为应用端的日常需求，本标准的制定适用了日益增长的贸易需求。该方法具有多元素同时测定、测定范围广、检出限低等特点，能够满足金属铅杂质检测的要求，符合我国现阶段的实际情况，达到国际先进水平。

六、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准的关系

本标准属于高纯铅产品的配套化学分析方法标准，本标准与现行法律、法规和相关标准相协调、无冲突。

七、专利及涉及知识产权

本文件起草过程中没有检索到专利和知识产权问题。

八、重大分歧意见的处理和依据

无。

九、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

建议该标准为推荐性为行业标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

由于铅产品是国家战略新兴产业密切相关的高纯金属，是很多军用和民用的高技术产品的原料，所以本标准的制定具有现实指导意义，建议铅生产和应用的生产和使用单位积极组织本标准的学习与宣贯，可向企业、公司和科研院校（所）推荐本标准。

十一、废止现行有关标准的建议

本标准为修订标准。

十二、其它应予说明的事项

无。

十三、推广应用的预期效果

本标准是高纯铅的痕量杂质元素含量的分析方法标准，对我国铅产业的生产、贸易具有较强的指导作用，更新了技术铅分析方法，对于促进我国金属铅产品的生产、贸易具有重要意义。