



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3469.5—2014

进口粗炼或烧结铜物料中铂、钯含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Determination of platinum and palladium in imported sintered
copper material of coarse smelting—Inductively coupled plasma
mass spectrometry

2014-04-09 发布

2014-11-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

SN/T 3469 共分为 6 部分：

- 第 1 部分：进口粗炼或烧结物料中铜含量的测定 短碘量法；
- 第 2 部分：进口粗炼或烧结铜物料中氟含量的测定方法 离子选择电极法；
- 第 3 部分：进口粗炼或烧结铜物料中硫含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 4 部分：进口粗炼或烧结铜物料中金、银含量的测定方法 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：进口粗炼或烧结铜物料中铂、钯含量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 6 部分：进口粗炼或烧结铜物料检验规程。

本部分为 SN/T 3469 的第 5 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局，中华人民共和国新疆出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：胡德新、王昊云、肖葵、刘俊、王虹、李权斌、王兆瑞、赵江勇。

进口粗炼或烧结铜物料中铂、钯含量的测定 电感耦合等离子体质谱法

1 范围

SN/T 3469 的本部分规定了电感耦合等离子体质谱法测定进口粗炼或烧结铜物料中铂、钯含量的方法。

本部分适用于进口粗炼或烧结铜物料中铂、钯含量的测定,检出限:Pt 为 $0.13 \mu\text{g}/\text{kg}$, Pd 为 $0.11 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 2007.1 散装矿产品取样、制备通则 手工取样方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

试样加入盐酸、硝酸低温分解过滤后,通过活性炭-阴离子树脂吸附富集。灰化活性炭-阴离子树脂,用稀盐酸溶解定容后在等离子体质谱仪上测定。

4 试剂及材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂,实验用水标准符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 盐酸($1.19 \text{ g}/\text{mL}$)。

4.2 硝酸($1.42 \text{ g}/\text{mL}$)。

4.3 氢氟酸($1.15 \text{ g}/\text{mL}$)。

4.4 稀盐酸(1+9)。

4.5 铂、钯标准储备溶液($1\,000 \mu\text{g}/\text{mL}$),各元素标准溶液按照 GB/T 602 方法配制或直接使用国家标准物质。

4.6 铂、钯混合标准溶液系列:逐级稀释铂、钯元素的标准储备溶液(4.5),配置成铂、钯浓度分别为 $0.00 \mu\text{g}/\text{L}$ 、 $2.00 \mu\text{g}/\text{L}$ 、 $5.00 \mu\text{g}/\text{L}$ 、 $20.00 \mu\text{g}/\text{L}$ 、 $50.00 \mu\text{g}/\text{L}$ 的混合标准溶液系列。

4.7 阴离子交换树脂:201×7 型强碱性苯乙烯系列阴离子交换树脂(60 目~80 目),用 30%(V/V)的盐酸浸泡 24 h,使其充分溶胀转型后,水洗三遍,浸泡在水中备用。

4.8 活性炭:将市售粉状活性炭用 50%(V/V)盐酸、50%(V/V)氢氟酸浸泡处理,用布氏漏斗加抽气泵进行抽滤,水洗三遍后抽干,在 110°C 烘干备用。

4.9 中速滤纸。

5 仪器与设备

- 5.1 电感耦合等离子体质谱仪,工作参数参见附录 A。
- 5.2 天平,感量 0.01 g。
- 5.3 高温炉,温度适于控制在 300 °C~1 000 °C 的范围。
- 5.4 瓷坩埚,50 mL。
- 5.5 摇床,控制转速为 150 r/min。

6 试样的制备

按 GB/T 2007.1 方法取样,试样粒径应小于 0.074 mm。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取均匀两份试样,每份 10 g,精确至 0.01 g。

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 试料前处理

7.3.1 试料的溶解

称取试料(7.1)于 250 mL 三角瓶中,加入 10 mL 盐酸(4.1),低温加热 10 min 后,加入 30 mL 盐酸(4.1)和 10 mL 硝酸(4.2),盖上小漏斗,在电热板上低温微沸约 2 h(期间摇动)。揭开小漏斗,蒸至约 20 mL。取下冷却至无棕色烟冒出,用中速滤纸(4.9)将溶液过滤于 300 mL 锥形瓶中,分别用稀盐酸(4.4)和水洗涤 3 次(每次约 5 mL),溶液总体积控制在 100 mL 以内。

7.3.2 交换富集

将滤液倒入盛有 4 g 树脂(4.7)和 2 g 活性炭(4.8)的 250 mL 三角瓶中,在摇床(5.5)上进行动态吸附富集 2 h。吸附完毕后用中速滤纸(4.9)过滤,分别用稀盐酸(4.4)和水洗涤 3 次(每次约 5 mL)。

7.3.3 灰化

用滤纸包裹好活性炭-阴离子树脂,转移至瓷坩埚(5.4)中,先在电热板上烤干水分,然后置于高温炉中分别在 300 °C 低温炭化和 750 °C 灰化完全。取出冷却至室温,加入 12 mL 盐酸和 4 mL 硝酸提取灰化后产物,蒸至近干,加入少量水,再次蒸至近干。用稀盐酸(4.4)稀释定容于 10 mL 比色管中,混匀。

7.4 测定

7.4.1 标准工作曲线的绘制

移取 10 mL 铂、钯混合标准溶液系列(4.6)于 5 个盛有 4 g 树脂和 2 g 活性炭的 250 mL 三角瓶中,用稀盐酸(4.4)稀释至 100 mL 左右,在摇床(5.5)上进行交换富集 2 h。吸附完毕后过滤,分别用稀盐酸

(4.4)和水冲洗活性炭-树脂层 3 次(每次约 5 mL),按 7.3.3 步骤进行操作,参照附录 A 绘制标准曲线。

7.4.2 测定

每个试样进行两次平行测定。在相同条件下测定试剂空白溶液和样品溶液。根据工作曲线和试样溶液的谱线强度值,仪器给出试样溶液中待测元素的浓度值。

如果试样溶液中某元素的浓度超出校准曲线的线性范围,则应该对试样溶液用盐酸溶液(4.4)进行适当稀释至校准曲线范围水平后再测定该元素。

8 结果计算

按式(1)计算铜物料中待测物的含量:

$$w_B = \frac{(\rho - \rho_0) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- w_B ——样品中待测物 B 的量,单位为微克每千克($\mu\text{g/kg}$);
- ρ ——测定溶液中待测物浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- ρ_0 ——实验室试剂空白溶液中待测物浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);
- V ——测定溶液体积,单位为毫升(mL);
- m ——被称取样品的质量,单位为克(g);
- f ——测试溶液稀释倍数。

结果取两次平行测定结果的算术平均值,表示至小数点后 2 位。

9 精密度

精密度由 6 个实验室对 3 个水平的试样所做的实验确定,结果见表 2。

表 2 精密度 单位: $\mu\text{g/kg}$

元素	水平范围	重复性限 r	再现性限 R
Pt	5.10~53.05	0.242 0+0.005 6 <i>m</i>	0.430 4+0.034 5 <i>m</i>
Pd	3.75~60.15	0.119 8+0.018 9 <i>m</i>	0.588 6+0.033 3 <i>m</i>
注: m 为两次测定结果的平均值。			

SN/T 3469.5—2014

附 录 A

(资料性附录)

电感耦合等离子质谱仪工作参考条件

以某四级杆电感耦合等离子质谱仪为例的工作参数见表 A. 1。

表 A. 1 电感耦合等离子质谱仪工作参考条件

参数	设定值
功率	1.3 kW
辅助气流量	1.3 L/min
冷却气流量	13.0 L/min
雾化气流量	0.9 L/min
采样锥孔径	1.0 mm
截取锥孔径	0.7 mm
采样深度	8.0 mm
雾化室温度	2 ℃
分析室真空度	4.54×10^{-4} Pa
测量方式	跳峰
样品提升速率	0.3 r/s
分析时间	45 s
停留时间	10 ms
重复次数	3 次
测定元素同位素	$^{195}\text{Pt}, ^{105}\text{Pd}$
