

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 928.5—2013

镍、钴、锰三元素氢氧化物化学分析方法 第 5 部分：铅量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Methods for chemical analysis of nickel cobalt manganese composite hydroxide—
Part 5: Determination of lead contents—
Inductively coupled plasma mass spectrometry

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

前 言

YS/T 928《镍、钴、锰三元素氢氧化物化学分析方法》共包括以下 6 个部分：

- 第 1 部分：氯离子量的测定 氯化银比浊法；
- 第 2 部分：镍量的测定 丁二酮肟重量法；
- 第 3 部分：镍、钴、锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 4 部分：铁、钙、镁、铜、锌、硅、铝、钠量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 5 部分：铅量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 6 部分：硫酸根离子量的测定 离子色谱法。

本部分为 YS/T 928 的第 5 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准负责起草单位：金川集团有限公司、佛山市邦普循环科技有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分起草单位：北京矿冶研究总院。

本部分参加起草单位：北京有色金属研究总院、佛山市邦普循环科技有限公司、金川集团有限公司。

本部分主要起草人：冯先进、李长东、阮桂色、姜求韬、高燕、谭静进、马旭利、张宗磊、郭培庆。

镍、钴、锰三元素氢氧化物化学分析方法

第5部分：铅量的测定

电感耦合等离子体质谱法

1 范围

YS/T 928的本部分规定了镍、钴、锰三元素氢氧化物中铅量的测定方法。

本部分适用于镍、钴、锰三元素氢氧化物中铅量的测定。测定范围：0.000 1%~0.005%。

2 方法提要

试料以盐酸分解，在稀盐酸介质中，用 ICP-MS 采用在线加入铯内标溶液校正的方法测定镍、钴、锰三元素氢氧化物中的铅量。

3 试剂和材料

除非另有说明外，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和一级水。

3.1 硝酸 ($\rho=1.42$ g/mL)。

3.2 硝酸(1+2)。

3.3 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.4 盐酸(1+1)。

3.5 铅标准贮存溶液：称取 0.200 0 g 纯铅($w_{\text{Pb}}\geq 99.99\%$)，置于 300 mL 烧杯中，缓慢加入 30 mL 硝酸(3.2)，盖上表皿，低温溶解，驱出氮的氧化物，取下，冷却，用水洗涤表皿及杯壁，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水定容。此溶液 1 mL 含 200 μg 铅。

3.6 铅标准溶液：移取 5.00 mL 铅标准贮存溶液(3.5)置于 1 000 mL 容量瓶中，加入 40 mL 盐酸(3.4)，以水定容。此溶液 1 mL 含 1.00 μg 铅。

3.7 内标溶液：铯(Re)标准溶液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$)，使用前稀释，稀释后溶液 1 mL 含铯 10 ng，含体积分数为 2.5% 盐酸介质。

3.8 氩气($w_{\text{Ar}}\geq 99.996\%$)。

4 仪器

电感耦合等离子体质谱仪：质量分辨率优于 $(0.8\pm 0.1)\text{amu}$ 。

铅及内标铯的测定同位素的质量数见表 1。