

YS/T XXXX.6-201X

ICS 73.060.99

D 42

 中华人民共和国工业和信息化部 发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

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

铅阳极泥分银渣化学分析方法

铅冶炼分银渣化学分析方法

第6部分：铅、铜、锑和铋量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of silver separating residue from lead smeltering—

Part 6：Determination of lead,copper,antimony

and bismuth contents—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

（预审稿）

 (讨论稿)

前 言

YS/T XXXX-201X 《铅冶炼分银渣化学分析方法》分为6个部分：

——第1部分: 金和银量的测定 火试金

——第2部分: 铅量的测定 原子吸收光谱法和EDTA滴定法；

——第3部分: 铜量的测定 原子吸收光谱法和碘量法；

——第4部分: 锑量的测定 原子吸收光谱法和硫酸铈滴定法；

——第5部分: 铋量的测定 原子吸收光谱法和EDTA滴定法；

——第6部分: 铅、铜、锑和铋量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

本部分为YS/TXXXX-201X的第6部分。

本部分是按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草的。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本部分起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司、河南豫光金铅股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、贵研铂业股份有限公司 、北方铜业集团有限公司、浙江富春江冶炼集团有限公司、北矿检测技术有限公司、福建紫金矿冶测试技术有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、江西铜业股份有限公司。

 本部分主要起草人：姜晴、刘嫣、宁宇梅、王军、张全胜、李莉君、谭秀丽、黄萍、陈雄飞、张丽、

杨炳红、崔浩、阳兆鸿、陈祝柄、叶翠情、李敏、韩娇艳、倪玉成、杨辉、金娅秋、廖家章、李伟成、张晨、尚校、阮桂色、杨钟、吴银来、邱盛香、刘艳、代斌、唐华全

铅冶炼分银渣化学分析方法

第6部分：铅、铜、锑和铋量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本部分规定了铅冶炼分银渣中铅、铜、锑和铋量的测定方法。

本部分适用于铅冶炼分银渣中铅、铜、锑和铋量的测定。测定范围见表1。

表1 测定范围

|  |  |
| --- | --- |
| 元素 | 测定范围/% |
| Pb | 0.10～5.00 |
| Cu  | 0.10～5.00 |
| Sb | 0.20～5.00 |
| Bi  | 0.10～5.00 |

2 方法提要

试料用氢氧化钠和过氧化钠熔融，用水浸出熔融物后，用盐酸中和酸化，在稀盐酸介质中，用电感耦合等离子体原子发射光谱法，于各元素选定的波长处测定其发射强度，按标准工作曲线计算各元素的质量分数。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 氢氧化钠（GR）。

3.2 过氧化钠（GR）。

3.3 盐酸（ρ1.19g/mL）。

3.4 硝酸（ρ1.42g/mL）。

3.5 盐酸（1+1）。

3.6 硝酸（1+1）

3.7 酒石酸（200g/L）

3.8 铅标准贮存溶液：称取1.0000g金属铅（ωPb≥99.99%）置于300mL烧杯中，加入40mL硝酸（3.6），低温溶解，加热除去氮的氧化物，取下冷却。移入1000mL容量瓶中，加入30mL硝酸（3.4），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铅。

3.9 铜标准贮存溶液：称取1.0000g金属铜（ωCu≥99.99%）置于300mL烧杯中，加入40mL硝酸（3.6），低温溶解，加热除去氮的氧化物，取下冷却。移入1000mL容量瓶中，加入30mL硝酸（3.4），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铜。

3.10 锑标准贮存溶液：称取1.0000g金属锑（ωSb≥99.99％）置于300mL烧杯中，加入60mL盐酸（3.3）、20mL硝酸（3.4），低温加热溶解，冷却，移入1000mL容量瓶中，加入140mL盐酸（3.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1000μg锑。

3.11 铋标准贮存溶液：称取1.0000g金属铋（ωBi≥99.99％）置于300mL烧杯中，加入40mL硝酸（3.6），低温溶解，加热除去氮的氧化物，取下冷却。移入1000mL容量瓶中，加入30mL硝酸（3.4），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铋。

3.12 铅、铜、锑、铋混合标准溶液：分别移取10.00mL标准贮存溶液（3.8～3.11）于200mL容量瓶中，加入20mL盐酸(3.3)，用水稀释至刻度，混匀。此混合标准溶液1mL分别含50.00μg铅、铜、锑、铋。

4 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

——在仪器的最佳工作条件下，用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量11次，各元素光强度的相对标准偏差不超过2.5%。

——各元素推荐的分析谱线见表2。

表2 各元素的推荐谱线

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Pb | Cu | Sb | Bi |
| 谱线波长λ/nm | 220.38 | 324.75 | 206.83 | 223.06 |

5 试样

5.1 试样应通过0.100 mm孔筛。

5.2 试样应在105℃±5℃烘干2h，置于干燥器中冷至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取0.20 g样品，精确至0.0001g。

6.2 平行试验

平行做两份实验

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（6.1）置于预先盛有1.0g氢氧化钠（3.1）的30mL的镍坩埚中，再覆盖1.0g氢氧化钠（3.1）和0.50g过氧化钠(3.2)，在电热板上低温脱水后，置于已升温至300℃的马弗炉中，升温至630℃，熔融30min，取出，将熔融物均匀摇动，稍冷。

6.4.2 用水将坩埚底部冲洗干净，置于预先盛有20mL酒石酸（3.7）、100mL热水的300mL烧杯中，在电热板上加热浸取熔融物，并用塑料棒不断搅动，待浸取完全后，洗净坩埚和塑料棒后冷至室温，缓慢加入50ml盐酸（3.3）酸化至溶液清亮，在电热板上微沸10min，取下冷却。将溶液移入200mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.3 分取5.00mL溶液置于100mL容量瓶中，加入10mL盐酸（3.5）、5mL酒石酸（3.7），用水稀释至刻度，混匀。

6.4.4 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测量试液（6.4.3）及随同试料空白溶液（6.3）中各待测元素的发射强度，从工作曲线上计算经空白校正的各被测元素的质量浓度。

6.4.5 工作曲线的绘制

移取0 mL、0.50 mL、2.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、10.00 mL混合标准溶液（3.12）于一组100 mL容量瓶中，加入5.00 mL试料空白溶液（6.3），加入10mL盐酸（3.5）、5mL酒石酸溶液（3.7），用水稀释至刻度，混匀。

在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，于选定的分析谱线处，测量标准系列溶液的发射强度。分别以被测元素的质量浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 实验数据处理

被测元素的含量以其质量分数ωx计，按公式（1）计算：

$ω\_{x}=\frac{(ρ\_{x}-ρ\_{0})⋅V⋅V\_{2}×10^{-6}}{m⋅V\_{1}}×100\%$……………………………（1）

式中：

x——被测元素，铅、铜、锑和铋；

ρx——试液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

ρ0——空白溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

V——试液总体积，单位为毫升（mL）；

V1——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

V2——测定试液的体积，单位为毫升（mL）；

m——试料的质量，单位为克（g）。

铅、铜、锑和铋元素计算结果表示到小数点后两位，若质量分数小于0.10%时，保留两位有效数字。

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），超过重复性限（r）的情况不超过5%，重复性限（r）按表3数据采用线性内插法或外延法求得：

表3 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*Pb/% | 0.14 | 0．64 | 1.22 | 3.15 | 5.98 |
| *r*/% | 0.03 | 0.08 | 0.13 | 0.23 | 0.28 |
| *W*Cu/% | 0.23 | 0.67 | 1.68 | 2.15 | 5.80 |
| *r*/% | 0.05 | 0.07 | 0.19 | 0.13 | 0.46 |
| *W*Sb/% | 0.21 | 1.06 | 1.86 | 3.05 | 5.06 |
| *r*/% | 0.03 | 0.17 | 0.50 | 0.26 | 0.19 |
| *W*Bi/ | 0.13 | 0.65 | 1.66 | 2.88 | 5.46 |
| *r*/% | 0.04 | 0.08 | 0.09 | 0.21 | 0.37 |

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4数据采用线性内插法或外延法求得：

表4 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*Pb/% | 0.14 | 0．64 | 1.22 | 3.15 | 5.08 |
| *R*/% | 0.06 | 0.10 | 0.17 | 0.33 | 0.36 |
| *W*Cu/% | 0.23 | 0.67 | 1.68 | 2.15 | 5.80 |
| *R*/% | 0.09 | 0.13 | 0.23 | 0.17 | 0.68 |
| *W*Sb/% | 0.21 | 1.06 | 1.86 | 3.05 | 5.06 |
| *R*/% | 0.05 | 0.21 | 0.57 | 0.55 | 0.25 |
| *W*Bi/% | 0.13 | 0.65 | 1.66 | 2.88 | 5.46 |
| *R*/% | 0.09 | 0.13 | 0.14 | 0.29 | 0.41 |

9试验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

1. ——试样；

——使用的标准YS/TXXXX.5-201X；

——分析结果及其表示：

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。