



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 521.6—2009

粗铜化学分析方法 第 6 部分：砷、锑、铋、铅、锌和镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of blister copper—
Determination of arsenic, antimony, bismuth, lead, zinc and nickel contents—
Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

中华人民共和国有色金属
行 业 标 准
粗铜化学分析方法
第 6 部分：砷、锑、铋、铅、锌和镍量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
YS/T 521.6—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2010 年 4 月第一版 2010 年 4 月第一次印刷

*

书号：155066·2-20533 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533

前 言

YS/T 521—2009《粗铜化学分析方法》分为 6 个部分：

——第 1 部分：铜量的测定 碘量法

——第 2 部分：金和银量的测定 火试金法

——第 3 部分：砷量的测定

方法 1 氢化物发生-原子荧光光谱法

方法 2 溴酸钾滴定法

——第 4 部分：铅、铋、锑量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第 5 部分：锌和镍量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第 6 部分：砷、铅、铋、锑、锌和镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为 YS/T 521 的第 6 部分。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：大冶有色金属公司。

本部分起草单位：大冶有色金属公司、江西铜业公司。

本部分主要起草人：何梅、黄春燕、李玉琴、王永彬、梁亚群、胡军凯。

粗铜化学分析方法

第6部分:砷、锑、铋、铅、锌和镍量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

YS/T 521 的本部分规定了粗铜中砷、锑、铋、铅、锌和镍量的测定方法。

本部分适用于粗铜中砷、锑、铋、铅、锌和镍量的测定。

测定范围:砷的质量分数:0.02%~1.00%、锑的质量分数:0.02%~0.60%、铋的质量分数:0.008%~0.15%、铅的质量分数:0.05%~0.60%、锌的质量分数:0.03%~0.10%、镍的质量分数:0.03%~0.14%。

2 方法提要

试料用混合酸溶解,在稀盐酸介质中,标准溶液中加入与试样相当量的纯铜基体,用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定粗铜中砷、锑、铋、铅、锌和镍量。

3 试剂

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

3.1 盐酸(ρ 1.10 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 混合酸:1体积盐酸+3体积硝酸+4体积水混合。

3.4 铜(质量分数 $\geq 99.995\%$)。

3.5 砷标准贮存溶液:称取 1.320 0 g 三氧化二砷基准试剂(预先在 100 °C~105 °C 烘 1 h,置于干燥器中冷至室温)置于 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加 10 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L),低温加热至完全溶解,加 50 mL 水,2 滴酚酞溶液(1 g/L),用盐酸(1+1)中和至红色刚褪并过量 10 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 砷。

3.6 锑标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 锑(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硫酸加热溶解,取下冷却,用少量水吹洗杯壁,加 150 mL 盐酸,加热溶解,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 1 mg 锑。

3.7 铋标准贮存溶液:称取 2.000 0 g 铋(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),低温加热溶解,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 2 mg 铋。

3.8 铅标准贮存溶液:称取 2.000 0 g 铅(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),低温加热溶解,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 mg 铅。

3.9 锌标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 锌(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),低温加热溶解,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锌。

3.10 镍标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 镍(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(1+1),低温加热溶解,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镍。

3.11 混合标准溶液:分别移取砷、锑、铅、锌、镍标准贮存溶液各 50.00 mL 及铋标准贮存溶液 10.00 mL 于 500 mL 容量瓶中,加入 50 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 分别含 100 μg 砷、100 μg 锑、200 μg 铅、100 μg 锌、100 μg 镍、40 μg 铋。

3.12 氩气(质量分数不小于 99.99%)。

4 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

5 分析步骤

5.1 试料

按筛分后的质量比合称试样(称取质量见表 1),精确至 0.000 1 g。

独立地进行两次测定,取其平均值。

表 1 试样称取质量表

元素	质量分数/%	试样量/g	测定体积/mL	加盐酸量/mL
As	0.02~0.10	0.50	100	10
	>0.10~1.0	0.25	250	25
Sb	0.02~0.10	0.50	100	10
	>0.10~0.60	0.25	250	25
Bi	0.008~0.04	0.50	100	10
	>0.04~0.15	0.25	250	25
Pb	0.05~0.20	0.50	100	10
	>0.20~0.60	0.25	250	25
Zn	0.03~0.10	0.50	100	10
Ni	0.03~0.14	0.50	100	10

5.2 空白实验

随同试料称取纯铜(3.4)做空白实验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 混合酸(3.3),盖上表皿,加热至试料完全溶解,微沸赶尽氮的氧化物,按表 1 加入盐酸(3.1),用少量水吹洗杯壁,低温加热溶解盐类,取下冷却。按表 1 移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,按表 2 所列各元素分析谱线与系列标准溶液平行测量试液的浓度。

表 2 元素分析谱线

元素	As	Sb	Bi	Pb	Zn	Ni
分析谱线/nm	193.7	206.8	190.2	182.2	206.2	231.6

5.4 工作曲线的绘制:

5.4.1 称取 6 份 0.100 0 g 铜(3.4)加入 10 mL 混合酸(3.3),加热至试料完全溶解,微沸赶尽氮的氧化物,加 10 mL 盐酸(3.1),取下冷却,移入一组 100 mL 容量瓶中,依次加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 混合标准溶液(3.11),用水稀释至刻度,混匀。用于测定 0.25 g 试料溶液。

5.4.2 称取 6 份 0.500 0 g 铜(3.4)加入 10 mL 混合酸(3.3),加热至试料完全溶解,微沸赶尽氮的氧化物,加 10 mL 盐酸(3.1),取下冷却,移入另一组 100 mL 容量瓶中,依次加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 混合标准溶液(3.11),用水稀释至刻度,混匀。用于测定 0.50 g 试料溶液。

6 分析结果的计算

按公式(1)计算砷、锑、铋、铅、锌和镍的质量分数 w_{As} 、 w_{Sb} 、 w_{Bi} 、 w_{Pb} 、 w_{Zn} 、 w_{Ni} ，数值以%表示：

$$w_x = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——分别表示砷、锑、铋、铅、锌和镍；

ρ ——被测元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——空白溶液的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V——被测试液的体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后二位。若质量分数为 0.01%~0.1%时,表示至小数点后三位;质量分数小于 0.01%时,表示至小数点后四位。

7 精密度

7.1 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求得:

表 3 重复性

砷的质量分数/%	0.019 5	0.046 0	0.085 1	0.162	0.295	0.577	0.965
重复性限(r)/%	0.003 1	0.005 4	0.008 6	0.014	0.023	0.033	0.100
铈的质量分数/%	0.019 8	0.088 6	0.186	0.349	0.651		
重复性限(r)/%	0.004 4	0.013	0.025	0.036	0.058		
铋的质量分数/%	0.008 7	0.020 5	0.042 7	0.088 1	0.178		
重复性限(r)/%	0.001 8	0.003 8	0.006 2	0.010	0.019		
铅的质量分数/%	0.097 7	0.210	0.337	0.646	0.877		
重复性限(r)/%	0.015	0.030	0.047	0.080	0.092		
锌的质量分数/%	0.029 3	0.065 0	0.070 6				
重复性限(r)/%	0.003 5	0.004 5	0.005 0				
镍的质量分数/%	0.054 6	0.065 3	0.094 0				
重复性限(r)/%	0.003 7	0.004 7	0.006 0				

注 1: 当砷的质量分数为 1.00% 时, 重复性限(r) 取 0.110%。

注 2: 当铈的质量分数为 0.008% 时, 重复性限(r) 取 0.001 7%。

注 3: 当铅的质量分数为 0.05% 时, 重复性限(r) 取 0.008 0%。

注 4: 当锌的质量分数为 0.10% 时, 重复性限(r) 取 0.006 5%。

注 5: 当镍的质量分数分别 0.03% 和 0.140% 时, 重复性限(r) 分别取 0.002 2% 和 0.007 8%。

7.2 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,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(R)按表4数据采用线性内插法求得:

表4 再现性

砷的质量分数/%	0.019 5	0.046 0	0.085 1	0.162	0.295	0.577	0.965
再现性限(R) %	0.004 3	0.006 4	0.012 0	0.015 0	0.025 0	0.037 0	0.120
铋的质量分数/%	0.019 8	0.088 6	0.186	0.349	0.651		
再现性限(R) %	0.004 8	0.020	0.033	0.041	0.082		
铊的质量分数/%	0.008 7	0.020 5	0.042 7	0.088 1	0.178		
再现性限(R) %	0.002 0	0.004 0	0.007 0	0.011	0.021		
铅的质量分数/%	0.097 7	0.210	0.337	0.646	0.877		
再现性限(R) %	0.016	0.032	0.055	0.094	0.130		
锌的质量分数/%	0.029 3	0.065 0	0.070 6				
再现性限(R) %	0.003 9	0.005 0	0.005 5				
镍的质量分数/%	0.054 6	0.065 3	0.094 0				
再现性限(R) %	0.004 5	0.005 8	0.006 5				
注1:当砷的质量分数为1.00%时,再现性限(R)取0.130%。 注2:当铋的质量分数为0.008%时,再现性限(R)取0.0018%。 注3:当铅的质量分数为0.05%时,再现性限(R)取0.0090%。 注4:当锌的质量分数为0.10%时,再现性限(R)取0.0070%。 注5:当镍的质量分数分别0.03%和0.14%时,再现性限(R)分别取0.0024%和0.0087%。							

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每季校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。



YS/T 521.6-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·2-20533

定价: 14.00 元