#

中华人民共和国工业和信息化部发布

201×-××-××实施

201×-××-××发布

铜砷滤饼化学分析方法

第1部分：铼量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of Cu-As Filter Cake—

Part 1: Determination of rhenium content—

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(预审稿)

YS/T XXX.XX-201X

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

**ICS 77.120.99**

**H68**

前言

YS/T XXX-201X《铜砷滤饼化学分析方法》分为X个部分：

——第1部分：铼量的测定 。

本部分为YS/T XXX-201X的第1部分。

本标准是按照GB/T1.1-2009给出的规则起草的。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）提出并归口。

本标准负责起草单位：铜陵有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位：铜陵有色金属集团控股有限公司，

本部分主要起草人：

铜砷滤饼化学分析方法

第1部分：铼量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1. **范围**

本部分规定了铜砷滤饼中铼量的测定方法。

本部分适用于铜砷滤饼中铼量的测定。测定范围为0.0050 %~2.5 %。

**2 方法提要**

1. 试料经氧化镁、硝酸钾碱融烧结，用热水浸取熔融物后过滤，用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铼量。

**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二级水。

3.1 氧化镁。

3.2 硝酸钾。

3.3 盐酸（ρ1.19 g/mL）。

3.4 盐酸溶液（1+1）。

3.5 硝酸（ρ1.42 g/mL）。

3.6 硝酸溶液（1+1）。

3.7 硫酸（ρ1.84 g/mL）。

3.8 过氧化氢溶液（30%）。

3.9 铼标准贮存溶液（100 μg/mL）：称取0.1000 g金属铼粉（wRe≥99.99%）于150 mL烧杯中，加入20 mL盐酸溶液（3.4）、5mL硝酸溶液（3.6），加热至完全溶解，冷却至室温，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μg铼。

3.10 铼标准溶液（10 μg/mL）：移取10.00 mL铼标准贮存溶液（3.9）于100 mL容量瓶中，加入10 mL硝酸，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 μg铼。

3.11 氩气 (φAr≥99.99%)。

3.12 瓷坩埚（30 mL）。

**4 仪器**

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

 仪器稳定性：在仪器最佳工作条件下，用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量待测元素的绝对强度或相对强度11次，其相对标准偏差不超过2.0%。

 Re推荐的分析谱线为197.313 nm。

**5 试样**

5.1 试样粒度应不大于100 µm。

5.2 试样应在100℃～105℃烘干1 h，并置于干燥器中冷却至室温。

**6 分析步骤**

6.1 试料

按表1称取试样，精确至0.0001g。

**表1称样量及定容体积**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 含量（%） | 称样量（g） | 定容体积（mL） | 补加硝酸（mL） |
| 0.005≤wRe＜0.2 | 0.5 | 100 | 0 |
| 0.2≤wRe＜0.5 | 0.2 | 100 | 0 |
| 0.5≤wRe＜1.25 | 0.2 | 250 | 15 |
| wRe≥1.25 | 0.1 | 250 | 15 |

6.2测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

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）置于事先盛有0.5 g氧化镁（3.1）和0.5 g硝酸钾（3.2）的瓷坩埚（3.12）中，充分搅拌均匀后再覆盖0.5g氧化镁。

6.4.2 将瓷坩埚（6.4.1）置于预先升温至650 ℃的马弗炉中，保温30 min后取出冷却。

6.4.3 将冷却后的瓷坩埚置于150 mL烧杯中，加入30 mL热水于电热板上加热浸取，浸取完成后加入3 mL 过氧化氢溶液（3.8），微沸30min，取下稍冷，洗出坩埚。

6.4.4 用中速定性滤纸过滤，热水洗涤烧杯及沉淀各3次，滤液收集于100 mL烧杯中，在电热板上微沸状态下蒸发至小体积，取下稍冷加入10 mL硝酸（3.5），按表1移入相应容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.5 于电感耦合等离子体发射光谱仪（4）上，按照工作曲线法测定铼的质量浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 分别移取0 mL、2.00 mL、5.00 mL铼标准溶液（3.10），1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL铼标准贮存溶液（3.9）于一组100 mL容量瓶中，加入10 mL硝酸，用水稀释至刻度，混匀。此标准溶液1 mL含铼量依次为0 μg、0.2μg、0.5 μg、1 μg、2μg、5μg、10 μg。

6.5.2与测量试液相同的条件下，于电感耦合等离子体发射光谱仪上，测定标准溶液系列的光谱强度，减去标准溶液系列中“零”浓度的响应值，以铼质量浓度为横坐标，光谱强度为纵坐标，绘制工作曲线。

6.6 分析结果的计算

铼量以铼的质量分数计，数值以%表示，按公式（1）计算：

 ……………………………（1）

式中：

*ρ*——测定试液中铼的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*ρ0*——测定空白溶液中铼的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

*V* ——测定试液的总体积，单位为毫升（mL）；

*m* ——试料的质量，单位为克（g）；

<0.1%时，计算结果保留两位有效数字；≥0.1%时，计算结果保留至小数点后三位。

**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按以下表2数据采用线性内插法或外延法求得：

**表 2重复性限**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| (%) |  |  |  |  |  |  |  |
| *r* (%) |  |  |  |  |  |  |  |

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，这两个测试结果的绝对差值不大于再现性限*R*，超过再现性限*R*的情况不超过5%，再现性限*R*按表3 数据采用线性内插法或外延法求得。

**表 3再现性限**

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| (%) |  |  |  |  |  |  |  |
| *R* (%) |  |  |  |  |  |  |  |

**8 试验报告**

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下方面的内容：

—— 试样；

—— 使用的标准，YS/T XXX.XX-201X；

—— 使用的方法；

—— 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。