ICS 77.120.40

H 13

YS

××××-××-××实施

××××-××-××发布

YS/T 252.6—201X

中华人民共和国有色金属行业标准

高镍锍化学分析方法

第6部分：铅、锌和砷含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of nickel matte—

Part 6：Determination of lead，zinc and arsenic contents—

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

（送审稿）



前 言

YS/T 252《高镍锍化学分析方法》分为8个部分：

——第1部分：镍量的测定 丁二酮肟重量法；

——第2部分：铁量的测定 磺基水杨酸光度法；

——第3部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第4部分：铜量的测定 硫代硫酸钠滴定法

——第5部分：硫量的测定 燃烧－中和滴定法

——第6部分：铅、锌和砷含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第7部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第8部分：金、铂和钯含量的测定 火试金富集-电感耦合等离子体原子发射光谱法；

本部分为第6部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本部分由中国有色金属工业协会提出、

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC243)提出并归口。

本标准起草单位：金川集团股份有限公司、北矿检测技术有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、广东省工业分析检测中心、辽宁检验检疫局、广西冶金产品质量检验站、兰州金川新材料科技股份有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、贵州省分析测试研究院、广西中检检测技术服务有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、浙江亚通焊材有限公司、峨眉山市峨半高纯材料有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心。

本部分主要起草人：喻生洁、任利华、谢阳、罗海霞、方迪、王长华、墨淑敏、（广东？）、（辽宁？）、聂小明、韦莉、徐艳燕、朱国忠、马群、（山东？）、杨炳红、崔浩、余航、管洪素、江荆、吴雪英、谢柏华、沈佳跃、张玲玲、陈莉、徐清、孙平。

 高镍锍化学分析方法

第6部分：铅、锌和砷含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本部分规定了高镍锍中铅、锌和砷含量的测定方法。

本部分适用于高镍锍中铅、锌和砷含量的测定。测定范围见表1：

表1测定范围（质量分数）

|  |  |
| --- | --- |
| 元 素 | 测 定 范 围/% |
| 铅 | 0.020～0.50 |
| 锌 | 0.010～0.50 |
| 砷 | 0.020～1.00 |

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸、高氯酸分解，在稀盐酸介质中，于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上测定各元素发射强度，按工作曲线法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，所用水为实验室一级水。

3.1 盐酸（ρ1.19 g/mL）。

3.2 硝酸（ρ1.42 g/mL）。

3.3 高氯酸（ρ1.84 g/mL）。

3.4 盐酸（1+1）。

3.5 硝酸（1+1）。

3.6 氢氧化钠溶液（200 g/L）：称取200 g氢氧化钠，置于500mL塑料烧杯中，以水溶解，冷却至室温，移入1000 mL塑料容量瓶中，以水定容。

3.7 酚酞乙醇溶液（1 g/L）：称取0.100 g酚酞，置于100 mL烧杯中，用无水乙醇溶解，移入100 mL容量瓶中，以无水乙醇定容。

3.8 铅标准贮存溶液：称取1.0000 g金属铅（*w*Pb≥ 99.95%），置于300 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（3.5），低温溶解完全，用水冲洗表面皿及杯壁，加热煮沸驱逐氮的氧化物，取下，冷却。移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铅。

3.9 锌标准贮存溶液：称取1.0000 g金属锌（*w*Zn≥ 99.95％）置于300 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（3.5），低温溶解完全，用水冲洗表面皿及杯壁，加热煮沸驱逐氮的氧化物，取下，冷却。移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锌。

3.10 砷标准贮存溶液：称取1.3200 g三氧化二砷（基准，预先在100℃～105℃烘1 h，置于干燥器中冷至室温）于100 mL烧杯中，加入5 mL氢氧化钠溶液（3.6）,盖上表皿，低温加热至完全溶解，加5 mL水，2滴酚酞乙醇溶液（3.7），用盐酸（3.4）中和至红色刚消失后再过量2 mL，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL中含1 mg砷。

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，各元素发射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 | 铅 | 锌 | 砷 |
| 谱线/nm | 220.353 | 206.200 | 188.979 |

5 样品

5.1 样品粒度不大于154 μm。

5.2 样品预先在105℃±5℃烘2 h，置于干燥器中冷却至室温备用。

6 分析步骤

6.1 试料

称取0.200 g样品，精确至0.0001 g。

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300 mL烧杯中，加入15 mL盐酸（3.1），5 mL硝酸（3.2），2 mL高氯酸（3.3），低温加热至样品完全溶解，继续加热至白烟冒尽，取下冷却至室温后，加入5 mL盐酸（3.1），用少量水冲洗表皿及杯壁，加热溶解盐类后，取下冷却，将试液移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.2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，与标准溶液系列同步测量试液（6.4.1）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。

6.5 工作曲线的绘制

分别逐级稀释铅、锌、砷标准贮存溶液（3.8~3.10），配制为表3规定的铅、锌、砷混合系列标准溶液。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铅、锌、砷的发射强度。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。

 表3 标准系列溶液 单位：μg/mL

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | STD 1 | STD 2 | STD 3 | STD 4 | STD 5 |
| 铅 | 0 | 0.2 | 0.5 | 1 | 5 |
| 锌 | 0 | 0.1 | 0.5 | 1 | 5 |
| 砷 | 0 | 0.2 | 1 | 5 | 10 |
| 2%（V/V）盐酸介质 |

7 试验数据处理

被测元素含量以质量分数*w*x计，数值以%表示，按公式（1）计算：

$$w\_{x}=\frac{\left(ρ\_{x}-ρ\_{0}\right)∙V∙V\_{2}×10^{-6}}{m∙V\_{1}}×100……………………………\left（1\right）$$

式中：

*x*——被测元素，铅、锌、砷；

*ρ*x——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）；

*V*1——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

*V*2——测定试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位，小于0.10%时，表示到小数点后三位。

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4数据采用线性内插法或外延法求得。

8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立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4数据采用线性内插法或外延法求得。

表4重复性限和再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Pb /% | 0.016 | 0.089 | 0.26 | 0.51 | —— |
| *r /* % | 0.004 | 0.010 | 0.03 | 0.04 | —— |
| *R /* % | 0.006 | 0.015 | 0.04 | 0.06 | —— |
| *w*Zn /% | 0.11 | 0.048 | 0.10 | 0.50 | —— |
| *r /* % | 0.003 | 0.004 | 0.02 | 0.04 | —— |
| *R /* % | 0.004 | 0.007 | 0.03 | 0.06 | —— |
| *w*As /% | 0.029 | 0.056 | 0.31 | 0.69 | 1.04 |
| *r /* % | 0.004 | 0.006 | 0.03 | 0.05 | 0.06 |
| *R /* % | 0.006 | 0.008 | 0.04 | 0.07 | 0.09 |

9 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

——样品；

——使用的标准YS/T 252.6-201X；

——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。