

YS/T XXXX.5—201X

ICS 77.120.60

H 13

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

高铋铅化学分析方法

第5部分：铜含量的测定

火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical anlysis of bismuth-rich lead—

Part5:Determination of copper content—

Flame atomic absorption spectrometric method

（送审稿）

前 言

YS/T XXXX-201X 《高铋铅化学分析方法》分为6个部分：

——第1部分：铅含量的测定Na2EDTA 滴定法；

——第2部分：铋含量的测定Na2EDTA 滴定法；

——第3部分：金和银含量的测定火试金重量法；

——第4部分：锑含量的测定火焰原子吸收光谱法和硫酸柿滴定法；

——第5部分：铜含量的测定火焰原子吸收光谱法；

——第6部分：锡含量的测定碘酸钾滴定法。

本部分为YS/TXXXX-201X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）提出并归口。

本标准负责起草单位：北矿检测技术有限公司、湖南有色金属研究院。

本部分起草单位：北矿检测技术有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、国标（北京）检验认证有限公司、浙江江铜富冶和鼎铜业有限公司、昆明冶金研究院、铜陵有色金属集团控股有限公司检测研究中心、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、富民薪冶工贸有限公司、广西中检检测技术服务有限公司、国家有色贵重金属产品质量监督检验中心（湖南）、湖南省有色地质勘查研究院、山东恒邦冶炼股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司。

本部分主要起草人：冯振华、阮桂色、黄一帆、王长华、刘英波、吕茜茜、黄俭惠、林叶、廖家章、韩晓、袁梦梅、江荆、周姣连、邓述陪、张月、夏秀娟、黎颖、墨淑敏、罗舜、李长春、唐荣盛、曾芳、邹文、叶玲玲、崔丹、唐玉霜、于英、胡芳菲、龙秀甲、李伟成。

高铋铅化学分析方法

第5部分：铜含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了高铋铅中铜含量的测定方法。

本部分适用于高铋铅中铜含量的测定。测定范围：0.10%~5.00%。

2 方法提要

试样用硝酸、酒石酸溶解。在10%硝酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长324.7 nm处，测量铜的吸光度。

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酒石酸。

3.2硝酸（ρ 1.42g/mL）。

3.3硝酸（1+1）。

3.4酒石酸溶液（20g/L）。

3.5铜标准贮存溶液：称取1.0000g金属铜（*w*Cu≥99.99%），置于250mL烧杯中，缓慢加入50 mL硝酸（3.3），盖上表面皿，低温加热至完全溶解，加热煮沸驱除氮的氧化物，取下冷却至室温，用水洗涤表面皿及杯壁，移入1000mL容量瓶中，补加50mL硝酸（3.3），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铜。

3.6铜标准溶液：移取10.00mL铜标准贮存溶液（3.5）置于100mL容量瓶中，加入10mL硝酸（3.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含100μg铜。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附铜空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——灵敏度：在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中，铜的特征浓度应不大于0.05 μg/mL；

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的1.0%；最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量10次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的0.5%；

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度分成五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于0.8。

5 试样

将试样加工至4mm以下，用磁铁除去加工时带入的铁屑，然后过0.425mm筛，筛上、筛下分别称重后，备用。

6 试验步骤

6.1 试料

称取2.00g试样，精确至0.0001g。

6.2 平行试验

平行做两份试验。

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250mL烧杯中，用少量水润湿，加入5g酒石酸（3.1）、100mL硝酸（3.3），盖上表面皿，置于电热板上低温加热至样品溶解完全，加热至微沸并保持10min~15min。取下稍冷，用少量水吹洗表皿及杯壁，移入500mL容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。

按表1分取试液并补加硝酸（3.2）、酒石酸溶液（3.4）于相应容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。于原子吸收光谱仪波长324.7nm处，使用空气-乙炔火焰，以水调零，测定试液及随同试料空白的吸光度。在工作曲线上查出相应的铜的质量浓度。

表1试液分取体积及硝酸、酒石酸溶液补加量

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 铜含量/% | 试液总体积/mL | 分取试液体积/mL | 测定试液体积/mL | 硝酸（3.2）补加量/mL | 酒石酸溶液（3.4）补加量/mL |
| 0.1～0.5 | 500 | 10 | 100 | 10 | - |
| ≥0.5～2.0 | 5 | 200 | 20 | 7.5 |
| ≥2.0～5.0 | 2 | 200 | 20 | 9.0 |

6..4.2工作曲线的绘制

移取0 mL、0.25mL、0.50mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL铜标准溶液（3.6）置于一组100 mL容量瓶中，分别加入10mL硝酸（3.2）、5mL酒石酸溶液（3.4），用水稀释至刻度，混匀。

使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长324.7nm处，以水调零，测量系列铜标准溶液的吸光度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度，以铜的浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 试验数据处理

铜含量以铜的质量分数*w*Cu计，按公式（1）计算：

 …………………………（1）

式中：

*ρ*1——自工作曲线上查得的试液中铜的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ*0——自工作曲线上查得的空白溶液中铜的质量浓度，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。

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

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Cu/% | 0.18  | 0.97  | 2.47  | 2.97  | 4.98  |
| *r*/% | 0.01  | 0.06  | 0.10  | 0.12  | 0.13  |

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

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*Cu/% | 0.18  | 0.97  | 2.47  | 2.97  | 4.98  |
| *R*/% | 0.02  | 0.09  | 0.13  | 0.26  | 0.17  |

9 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——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。