#

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

(送审稿)

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 电感耦合等离子体原子发射光谱法 。

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、北矿检测技术有限公司、中条山有色金属集团有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、广州省工业分析检测中心、阳谷祥光铜业有限公司、金隆铜业有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、福建紫金矿业测试技术有限公司、昆明冶金研究院、五矿铜业（湖南）有限公司、贵州省分析测试研究院、紫金铜业有限公司、广西分析测试研究所。

本部分主要起草人：吴勇、李长春、邵从和、陈小燕、王静、韩晓、孙计先、秦玉英、叶翠情、王长华、墨淑敏、李继东、张永进、万双、李先和、汪卫东、朱永红、栾海光、王凌燕、张园、俞金生、刘英波 、罗舜、夏兵伟、陈剑、兰万贵、黄永艳 、赖秋祥、刘芳美、黎颖、黄一帆。

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%~3.0%。

**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（ρ 1.19 g/mL）。

3.4 盐酸溶液（1+1）。

3.5 硝酸（ρ 1.42 g/mL）。

3.6 硝酸溶液（1+1）。

3.7 硫酸（ρ 1.84 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5 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**

|  |  |
| --- | --- |
| 含量（%） | 称样量（g） |
| 0.005≤wRe＜0.2 | 0.5 |
| 0.2≤wRe＜0.5 | 0.2 |
| 0.5≤wRe＜1.25 | 0.2 |
| wRe≧1.25 | 0.1 |

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（3.11）中，充分搅拌均匀后再覆盖0.5 g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30 min，取下稍冷，洗出坩埚。

6.4.4 用中速定量滤纸过滤，热水洗涤烧杯及沉淀各3次，滤液收集于150 mL烧杯中，在电热板上微沸状态下蒸至约40 mL，取下稍冷加入5 mL硝酸（3.5），移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.4.5按表2分取试液于100 mL容量瓶中，并补加硝酸（3.5），用水稀释至刻度，混匀。

**表2 试液分取量**

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 含量（%） | 分取量（mL） | 补加硝酸（mL） |
| 0.005≤wRe＜0.2 | — | — |
| 0.2≤wRe＜0.5 | — | — |
| 0.5≤wRe＜1.25 | 20.00 | 4.0 |
| wRe≧1.25 | 10.00 | 4.5 |

6.4.6 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5 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≤<1%时，计算结果保留至小数点后三位；≥1时，计算结果保留至小数点两位。

**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3数据采用线性内插法或外延法求得。

**表 3重复性限**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| (%) | 0.0067 | 0.0585 | 0.332 | 0.581 | 0.945 | 1.82 | 2.28 | 2.89 |
| *r* (%) | 0.0005 | 0.0048 | 0.016 | 0.025 | 0.047 | 0.06 | 0.09 | 0.10 |

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4数据采用线性内插法或外延法求得。

**表 4再现性限**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| (%) | 0.0067 | 0.0585 | 0.332 | 0.581 | 0.945 | 1.82 | 2.28 | 2.89 |
| *R* (%) | 0.0008 | 0.0067 | 0.045 | 0.031 | 0.078 | 0.11 | 0.16 | 0.18 |

**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.1-201X；

—— 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。