中华人民共和国工业和信息化部 发布

201×-××-××实施

201×-××-××发布

冶炼副产品硫酸镍化学分析方法

第3部分： 砷、铅、锌、钴量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of smelting by-products nickel sulfate

Part 3: Determination of arsenic , lead, zinc and cobalt content—Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry

T/ CNIA XXX-201X

T/ CNIA

中华人民共和国有色金属协会标准

ICS

H

前 言

XX/T XXX《冶炼副产品硫酸镍化学分析方法》分为3 个部分：

——第1部分：镍量的测定 重量法和Na2EDTA滴定法；

——第2部分：铜量的测定 原子吸收光谱法和碘量法；

——第3部分：砷、铅、锌、钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为T/CNIA XX第3部分。

本部分是按照GB/T1.1-2009给出的规则起草的。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本部分负责起草单位：北方铜业股份有限公司。

本部分起草单位：北方铜业股份有限公司。

本部分参加起草单位：

本部分主要起草人：

冶炼副产品硫酸镍化学分析方法

第3部分：砷、铅、锌、钴量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本部分规定了冶炼副产品硫酸镍中砷、铅、锌、钴含量的测定方法。

本部分适用于冶炼副产品硫酸镍中砷、铅、锌、钴含量的测定，测定范围见表1。

表1 砷、铅、锌、钴含量测定范围

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | As | Pb | Zn | Co |
| 测定范围/% | 0.001～0.60 | 0.001～0.050 | 0.001～2.00 | 0.001～0.40 |

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引和文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 方法提要

试料用硝酸、盐酸、氢氟酸、高氯酸溶解，在硝酸介质中，使用电感耦合等离子体原子发射光谱法，于光谱仪选定波长处，测量各被测元素发射强度。按标准曲线法计算各元素的含量。

4 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。

4.1 盐酸（*ρ* 1.19 g/mL）。

4.2 硝酸（*ρ* 1.42 g/mL）。

4.3 氢氟酸（*ρ* 1.15 g/mL）。

4.4 高氯酸（*ρ* 1.67 g/mL）。

4.5 硝酸（1+1）。

4.6 氢氧化钠溶液（100 g/L）。

4.7 酚酞乙醇溶液（1 g/L）。

4.8 砷标准贮存溶液：称取1.3203 g预先经100 ℃～105 ℃烘干2 h于干燥器中冷却至室温的基准三氧化二砷（As2O3），置于150 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入10 mL氢氧化钠溶液（4.6），加热溶解，冷却，移入100 0 mL容量瓶中，加水至200 mL～300 mL，加入2滴酚酞乙醇溶液（4.7），用硝酸（4.5）中和至溶液由红色变为无色，并过量20 mL，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg砷。

4.9 铅标准贮存溶液：称取1.000 0 g金属铅（*w*Pb≥99.99 ％），置于300 mL烧杯中，加入30 mL硝酸（4.5），低温加热溶解，加热除去氮的氧化物，冷却，移入100 0 mL容量瓶中，加入30 mL硝酸（4.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg铅。

4.10 锌标准贮存溶液：称取1.000 0 g金属锌（*w*Zn≥99.99 ％）置于300 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（4.5），低温溶解，加热除去氮的氧化物，取下冷却。移入100 0 mL容量瓶中，加入40 mL硝酸（4.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锌。

4.11 钴标准贮存溶液：称取1.000 0 g金属钴（*w*Co≥99.99 ％）置于300 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（4.5），低温溶解，加热除去氮的氧化物，取下冷却。移入100 0 mL容量瓶中，加入40 mL硝酸（4.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钴。

4.12 砷、铅、锌、钴混合标准溶液：分别移取10.00 mL砷、铅、锌、钴标准贮存溶液（4.8、4.9、4.10、4.11）于100 mL容量瓶中，加入10 mL硝酸（4.5）,以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含有100 μg砷、铅、锌、钴。

5 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

在仪器最佳工作条件下凡是能达到下列指标者均可使用：

--分辨率：200 nm时光学分辨率不大于0.010 nm；400 nm时光学分辨率不大于0.020 nm。

--仪器稳定性：用1.0 μg/mL的铜标准溶液测量11次，其光强度的相对标准偏差不超过2.5 %。

--各元素分析线的选择见表2。

表2 推荐分析谱线

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | As | Pb | Zn | Co |
| 波长λ/nm | 189.0 193.7 | 220.3 283.3 | 206.2 334.5 | 228.6 237.8 |

6 分析步骤

6.1 试料

称取2.0 g试样，精确至0.000 1 g。

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 用已称量的恒重的带磨口盖的称量瓶（25 mm×40 mm）快速称取试样（6.1），将称量瓶中的试样移入250 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入15 mL硝酸（4.2），低温加热溶解10 min，加5 mL盐酸（4.1），2 mL氢氟酸（4.3），1 mL高氯酸（4.4），低温加热冒白烟至湿盐状，取下烧杯稍冷，加10 mL硝酸(4.5)，用水冲洗杯壁，加热溶解可溶性盐类。取下烧杯，冷却，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。澄清或干过滤。

6.4.2 于电感耦合等离子体发射光谱仪上，在仪器运行稳定后，在选定的仪器工作条件下，用配制好的系列标准溶液进行标准化或校准标准工作曲线，各元素工作曲线相关系数应在0.999以上，否则需重新进行标准化或重新配制系列标准溶液进行标准化。

6.4.3 测试分析试样（6.4.1）及空白试液。仪器根据标准工作曲线，自动进行数据处理，计算并输出各元素含量。若待测元素的测定结果超出工作曲线线性范围，则根据计算结果，按表3分取试液（6.4.1）于100 mL容量瓶中，并补加硝酸（4.5），以水稀释至刻度，混匀，再于电感耦合等离子体发射光谱仪上进行测定。

表3 分取体积表

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 待测元素质量分数/% | 分取体积/mL | 补加硝酸（4.5）体积/mL |
| 0.001～0.10 | -- | -- |
| 0.10～0.50 | 10.00 | 8.00 |
| 0.50～2.00 | 5.00 | 9.00 |

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取砷、铅、锌、钴混合标准溶液（4.12）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL，置于一组100 mL的容量瓶中，加入10 mL硝酸（4.5），用水稀释至刻度，混匀。

6.5.2 在与测量试料溶液相同条件下，采用电感耦合等离子体光谱仪在选定的最佳仪器条件下按选定的各元素的波长，测定砷、铅、锌、钴各元素的发射强度，减去标准溶液中“零”浓度溶液的强度，以砷、铅、锌、钴各元素的浓度为横坐标，发射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

待测元素含量以待测元素的质量分数*w*x计，按公式（1）计算：

·······················（1）

式中：

*x* ——待测元素（砷、铅、锌、钴）；

——自工作曲线上查得试液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

——自工作曲线上查得空白试液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

*V1*——试液定容的体积，单位为毫升(mL)；

*V2*——分取试液后定容的体积，单位为毫升(mL)；

*V3*——分取试液的体积，单位为毫升(mL)；

*m* ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后二位，若质量分数小于0.10 %时，计算结果保留两位有效数字。

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求得：

表4 重复性限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | *wx*/ % | 重复性限r/ % |
| 砷 | 0.001 2 | 0.000 28 |
| 0.026 | 0.000 27 |
| 0.14 | 0.006 8 |
| 0.22 | 0.011 7 |
| 0.55 | 0.018 6 |
| 铅 | 0.002 6 | 0.000 51 |
| 0.009 9 | 0.001 13 |
| 0.014 | 0.001 68 |
| 0.021 | 0.002 68 |
| 0.036 | 0.002 83 |
| 锌 | 0.001 2 | 0.000 27 |
| 0.14 | 0.008 71 |
| 0.52 | 0.030 3 |
| 1.18 | 0.069 2 |
| 1.82 | 0.112 |
| 钴 | 0.004 1 | 0.000 36 |
| 0.015 | 0.001 18 |
| 0.083 | 0.003 99 |
| 0.23 | 0.014 5 |
| 0.36 | 0.022 4 |

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超过再现性限（R），超过再现性（R）的情况不超过5 %，再现性（R）按表5数据采用线性内插法求得：

表5 再现性限

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 元素 | *wx*/ % | 再现性限R/ % |
| 砷 | 0.001 2 | 0.000 40 |
| 0.026 | 0.004 17 |
| 0.14 | 0.009 82 |
| 0.22 | 0.027 2 |
| 0.55 | 0.039 4 |
| 铅 | 0.002 6 | 0.005 26 |
| 0.009 9 | 0.003 25 |
| 0.014 | 0.011 5 |
| 0.021 | 0.021 0 |
| 0.036 | 0.025 4 |
| 锌 | 0.001 2 | 0.002 38 |
| 0.14 | 0.031 7 |
| 0.52 | 0.061 5 |
| 1.18 | 0.086 8 |
| 1.82 | 0.125 |
| 钴 | 0.004 1 | 0.004 35 |
| 0.015 | 0.003 72 |
| 0.083 | 0.010 3 |
| 0.23 | 0.035 0 |
| 0.36 | 0.043 7 |

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：

*——* 试样；

*——* 使用的标准，XX/T 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；

*——* 测定中观察的异常现象；

*——* 试验日期。