中国有色金属工业协会

中国有色金属学会发布

20××-××-××实施

20××-××-××发布

冶炼副产品硫酸镍化学分析方法

第3部分： 砷、铅、锌和钴含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of smelting by-products nickel sulfate

Part 3: Determination of arsenic , lead, zinc and cobalt content—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

（送审稿）

T/CNIA XX-20XX

T/CNIA

中国有色金属工业协会标准

ICS

H

前言

T/CNIA XX-20XX《冶炼副产品硫酸镍化学分析方法》分为3 个部分：

——第1部分：镍含量的测定 重量法和Na2EDTA滴定法；

——第2部分：铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法和碘量法；

——第3部分：砷、铅、锌和钴含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为T/CNIA XX的第3部分。

本部分按照GB/T1.1-2009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）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、金川集团股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司检测研究中心、大冶有色设计研究院有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、江西铜业股份有限公司、北矿检测技术有限公司、山东恒邦冶炼股份有限公司、峨眉山市峨半纯材料有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司。

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、锌和钴含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本部分规定了冶炼副产品硫酸镍中砷、铅、锌和钴含量的测定方法。

本部分适用于冶炼副产品硫酸镍中砷、铅、锌和钴含量的测定，测定范围见表1。

表1 砷、铅、锌和钴含量测定范围

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | As | Pb | Zn | Co |
| 测定范围/% | 0.001～0.60 | 0.001～0.030 | 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。凡是不注日期的引用文件，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

试料经盐酸、过氧化氢分解，在稀盐酸介质中，使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪，于光谱仪选定的各被测元素波长处，测定砷、铅、锌和钴的发射强度。按标准加入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 过氧化氢（30%）。

4.3 盐酸（1+1）。

4.4 砷标准贮存溶液：称取1.320 0g预先经100℃～110℃烘干2h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，加热溶解，冷却，移入1 000 mL容量瓶中，加水至200 mL～300 mL， 加入2滴酚酞乙醇溶液，用硝酸（1+1）中和至溶液由红色变为无色，并过量20 mL，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg砷。

4.5 铅标准贮存溶液：称取0.500 0 g纯铅（*w*Pb≥99.99 ％）于300 mL烧杯中，加入30 mL硝酸（1+1），低温加热溶解，煮沸驱除氮氧化物，取下冷却，加入30 mL硝酸，移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含500 μg铅。

4.6 锌标准贮存溶液：称取3.000 0 g纯锌（*w*Zn≥99.99 ％）于300 mL烧杯中，加入60 mL硝酸（1+1），低温加热溶解，煮沸驱除氮氧化物，取下冷却，加入40 mL硝酸，移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含3 mg锌。

4.7 钴标准贮存溶液：称取1.000 0 g纯钴（*w*Co≥99.99 ％）于300 mL烧杯中，加入20 mL硝酸（1+1），低温加热溶解，煮沸驱除氮氧化物，取下冷却，加入40 mL硝酸，移入1 000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg钴。

4.8 砷、铅、锌和钴混合标准溶液：分别移取50.00mL砷标准贮存溶液（4.4）、铅标准贮存溶液（4.5）、锌标准贮存溶液（4.6）和钴标准贮存溶液（4.7）于500mL容量瓶中，加入50mL盐酸（4.3）,以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL分别含100μg砷、50 μg铅、300 μg锌、100 μg钴。

5 仪器设备

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 %。

——各元素推荐分析谱线的选择见表2。

表2推荐分析谱线波长

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | As | Pb | Zn | Co |
| 波长λ/nm | 189.0 193.7 | 182.2 | 206.2 | 237.8 |

6 试验步骤

6.1 试料

称取5.0 g试样，精确至0.000 1g。

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 快速称取试料（6.1）于干燥带盖的称量瓶（25mm×40mm）中，将试料倾入400 mL烧杯中，用约40 mL～50 mL水洗入，加入25 mL盐酸（4.1）、5 mL过氧化氢（4.2），置于电热板上低温加热至试料完全分解。取下冷却，移入250 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，静置。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 按表3移取测试溶液（6.4.1）于四个100 mL的容量瓶中，再分别移取0 .00mL、0.50 mL、1.00 mL、10.00 mL砷、铅、锌和钴混合标准溶液（4.8）于容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

表3 分取体积及补加盐酸体积

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 待测元素质量分数/% | 分取试液体积/mL | 补加盐酸（4.3）体积/mL |
| 0.001～0.30 | 20.00 | 9 |
| ≥0.30～1.50 | 10.00 | 10 |
| ≥1.50～2.00 | 5.00 | 10 |

6.5.2 在仪器最佳的测定条件下，采用电感耦合等离子体光谱仪按选定的各元素的波长，采用标准加入法测定工作曲线的光谱强度。以各工作曲线溶液的浓度为横坐标，相应的光谱强度为纵坐标绘制工作曲线，将曲线反向延长至横坐标轴相交，该交点的坐标绝对值为测量溶液中的元素浓度。

7 试验数据处理

砷、铅、锌和钴含量以待测元素的质量分数*w*x计，按公式（1）计算：

·······················（1）

式中：

χ ——待测元素（砷、铅、锌和钴）；

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

ρ0——自工作曲线上查得的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)；

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

*V3*——分取试液的体积，单位为毫升(mL)。

计算结果表示至小数点后两位，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或外延法求得：

表4 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wAs*/% | 0.0015 | 0.038 | 0.14 | 0.32 | 0.51 |
| r/% | 0.0005 | 0.0033 | 0.010 | 0.023/0.018 | 0.023 |
| *wpb*/% | 0.0011 | 0.0075 | 0.013 | 0.022 | 0.025 |
| r/% | 0.0004 | 0.0017/0.0010 | 0.0024 | 0.0026 | 0.0028 |
| *wZn*/% | 0.0016 | 0.16 | 0.57 | 1.54 | 1.94 |
| r/% | 0.0004 | 0.009 | 0.031 | 0.11 | 0.14 |
| *wCo*/% | 0.0019 | 0.016 | 0.088 | 0.29 | 0.38 |
| r/% | 0.0003 | 0.0014 | 0.0046 | 0.016 | 0.023 |

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或外延法求得：

表5 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wAs*/% | 0.0015 | 0.038 | 0.14 | 0.32 | 0.51 |
| R/% | 0.0015/0.0007 | 0.0086/0.0056 | 0.015 | 0.028 | 0.058/0.038 |
| *wpb*/% | 0.0011 | 0.0075 | 0.013 | 0.022 | 0.025 |
| R/% | 0.0008 | 0.0036/0.0026 | 0.0035 | 0.0087/0.0048 | 0.0102/0.0062 |
| *wZn*/% | 0.0016 | 0.16 | 0.57 | 1.54 | 1.94 |
| R/% | 0.0019/0.0008 | 0.036 | 0.069 | 0.29/0.19 | 0.23 |
| *wCo*/% | 0.0019 | 0.016 | 0.088 | 0.29 | 0.38 |
| R/% | 0.0007 | 0.0047 | 0.0072 | 0.032 | 0.034 |

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（T/CNIA XX-20XX）；

*——* 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。