

YS/T XXXX.7—202X

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7部分：铜、铁、镍、镉、砷、锑、铋含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of bismuth-rich lead—

Part7:Determination of copper, iron, nickel, cadmium, arsenic, antimony and bismuth contents—

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

（预审稿）

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是YS/T XXXX-202X 《高铋铅化学分析方法》的第7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铈滴定法；

——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；

——第7部分：铜、铁、镍、镉、砷、锑、铋含量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件负责起草单位：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、

本部分主要起草人：韩晓、孙计先、阮桂色、

高铋铅化学分析方法

第7部分：铜、铁、镍、镉、砷、锑、铋含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本文件规定了高铋铅中铜、铁、镍、镉、砷、锑、铋量的测定方法。

本文件适用于高铋铅中铜、铁、镍、镉、砷、锑、铋量的测定。各元素测定范围见表1。

表1 测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定范围*w*/% | 元素 | 测定范围*w*/% |
| Cu | 0.10～5.00 | Fe | 0.001～0.10 |
| Ni | 0.001～0.10 | Cd | 0.001～0.050 |
| As | 0.50～7.00 | Sb | 0.50～5.00 |
| Bi | 1.00～7.00 |  |  |

2规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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—2008数值修约规则与极限数值的表示和判定。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

试样用硝酸、酒石酸溶解。在10%硝酸介质中，用电感耦合等离子体原子发射光谱法，于各元素选定的波长处测定其发射强度，按标准工作曲线法计算各元素的质量分数。

5 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。

5.1酒石酸。

5.2盐酸（ρ 1.19g/mL）。

5.3硝酸（ρ 1.42g/mL）。

5.4酒石酸溶液（200g/L）。

5.5盐酸（1+1）。

5.6硝酸（1+1）。

5.7铜标准贮存溶液：称取1.0000g金属铜（*w*Cu≥99.99%），置于300mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.6），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（5.6），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铜。

5.8铁标准贮存溶液：称取1.0000g金属铁（*w*Fe≥99.99%）置于300mL烧杯中，加入50mL盐酸（5.5），盖上表面皿，低温加热至完全溶解，取下冷却至室温，用水洗涤表面皿及杯壁，移入1000mL容量瓶中，加入50mL盐酸（5.5），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铁。

5.9镍标准贮存溶液：称取1.0000g金属镍（*w*Ni≥99.99%）置于300mL烧杯中，加入50mL硝酸（5.6），低温溶解至溶解完全，加热除去氮的氧化物，取下冷却。移入1000mL容量瓶中，加入50mL硝酸（5.6），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg镍。

5.10镉标准贮存溶液：称取1.0000g金属镉（*w*Cd≥99.99%）置于300mL烧杯中，加入50mL硝酸（5.6），低温溶解至溶解完全，加热除去氮的氧化物，取下冷却。移入1000mL容量瓶中，加入50mL硝酸(5.6)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg镉。

5.11砷标准贮存溶液：称取1.0000g砷(*w*As≥99.99％)置于300mL烧杯中，加入75mL盐酸（5.5）、25mL硝酸（5.6），低温加热至溶解完全，取下冷却。移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg砷。

5.12锑标准贮存溶液：称取1.0000g金属锑（*w*Sb≥99.99％）置于300mL烧杯中，加入75mL盐酸（5.5）、25mL硝酸（5.6），低温加热至溶解完全，取下冷却。移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg锑。

5.13铋标准贮存溶液：称取1.0000g金属铋（*w*Bi≥99.99％）置于300mL烧杯中，加入75mL盐酸（5.5）、25mL硝酸（5.6），低温加热至溶解完全，取下冷却。移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1mg铋。

5.14铜、铁、镍、镉、砷、锑、铋混合标准溶液：分别移取10.00 mL标准贮存溶液（5.7~5.13）于100 mL容量瓶中，加入20 mL硝酸（5.6），用水稀释至刻度，混匀。此混合标准溶液1 mL含100μg铜、铁、镍、镉、砷、锑、铋。

6 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1.0μg/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%。

——各元素的推荐分析谱线见表2。

表2各元素的推荐分析谱线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 波长/nm | 元素 | 波长/nm |
| Cu | 327.395 | Fe | 259.940 |
| Ni | 231.604 | Cd | 226.502 |
| As | 193.696 | Sb | 206.834 |
| Bi | 223.061 |  |  |

7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。

8 试验步骤

8.1 试料

称取0.50g试样，精确至0.0001g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1将试料（8.1）置于250mL烧杯中，用少量水润湿，加入10mL酒石酸溶液（5.4）、10mL硝酸（5.3），盖上表面皿，置于电热板上低温加热至样品溶解完全。取下稍冷，用少量水吹洗表皿及杯壁，移入50mL容量瓶中，冷却至室温，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.2根据表3分取试液，补加相应体积硝酸（5.6），用水稀释至刻度，混匀。

表3分取试液体积

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 质量分数*w*/% | 试液总体积V/mL | 分取体积V/mL | 测定体积V/mL | 补加硝酸体积V/mL |
| Cu、As、Sb、Bi | 0.10～1.00 | 50 | 10.00 | 100 | 9 |
| >1.00 | 50 | 5.00 | 250 | 25 |
| Fe、Ni、Cd | 0.001~0.10 | 50 | 全量 | 50 | — |

8.4.3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，测量试液（8.4.2）及随同试料空白溶液（8.3）的各待测元素的发射光强度，仪器依据工作曲线（8.5）计算出经空白校正的各被测元素的质量浓度。

8.5工作曲线的绘制

移取0mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL混合标准溶液（5.14）于一组100 mL容量瓶中，加入20 mL硝酸（5.6），用水稀释至刻度，混匀。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，测量标准系列溶液中铜、铁、镍、镉、砷、锑、铋的发射光强度。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。

9 试验数据处理

被测元素的含量以被测元素的质量分数计，按公式（1）计算：

……………………………（1）

式中：

x——被测元素，铜、铁、镍、镉、砷、锑、铋；

*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）。

计算结果表示至小数点后2位；若质量分数小于0.10%时，保留两位有效数字。

10精密度

10.1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4数据采用线性内插法或外延法求得：

表4重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wCu/%* | 0.18 | 0.71 | 1.43 | 2.67 | 5.15 |
| r/% | 0.02 | 0.04 | 0.12 | 0.12 | 0.19 |
| *w*Fe/% | 0.002 | 0.004 | 0.037 | 0.10 |  |
| r/% | 0.0005 | 0.0007 | 0.004 | 0.01 |  |
| *w*Ni/% | 0.002 | 0.005 | 0.018 | 0.050 | 0.10 |
| r/% | 0.0005 | 0.0009 | 0.002 | 0.003 | 0.007 |
| *w*Cd/% | 0.001 | 0.008 | 0.015 | 0.032 | 0.050 |
| r/% | 0.0002 | 0.0015 | 0.002 | 0.003 | 0.004 |
| *w*As/% | 0.42 | 2.39 | 3.65 | 5.15 | 7.45 |
| r/% | 0.04 | 0.08 | 0.10 | 0.16 | 0.18 |
| *w*Sb/% | 0.75 | 1.69 | 2.23 | 3.07 | 5.10 |
| r/% | 0.07 | 0.08 | 0.11 | 0.13 | 0.16 |
| *wBi/*% | 0.85 | 1.47 | 2.35 | 4.78 | 7.03 |
| r/% | 0.04 | 0.09 | 0.12 | 0.15 | 0.18 |

10.2 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5数据采用线性内插法或外延法求得：

表5再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wCu/%* | 0.18 | 0.71 | 1.43 | 2.67 | 5.15 |
| R/% | 0.03 | 0.08 | 0.13 | 0.16 | 0.21 |
| *w*Fe/% | 0.002 | 0.004 | 0.037 | 0.10 |  |
| R/% | 0.0006 | 0.0008 | 0.006 | 0.02 |  |
| *w*Ni/% | 0.002 | 0.005 | 0.018 | 0.050 | 0.10 |
| R/% | 0.0008 | 0.001 | 0.004 | 0.006 | 0.011 |
| *w*Cd/% | 0.001 | 0.008 | 0.015 | 0.032 | 0.050 |
| R/% | 0.0004 | 0.0016 | 0.004 | 0.006 | 0.007 |
| *w*As/% | 0.42 | 2.39 | 3.65 | 5.15 | 7.45 |
| R/% | 0.06 | 0.10 | 0.12 | 0.18 | 0.20 |
| *w*Sb/% | 0.75 | 1.69 | 2.23 | 3.07 | 5.10 |
| R/% | 0.09 | 0.12 | 0.14 | 0.16 | 0.19 |
| *wBi/*% | 0.85 | 1.47 | 2.35 | 4.78 | 7.03 |
| R/% | 0.07 | 0.10 | 0.14 | 0.18 | 0.21 |

11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.7-202X）；

——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。