ICS 77.120.60

H13

|  |
| --- |
|       |

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 536.14—20XX

|  |
| --- |
|   |

铋化学分析方法

第14部分：铜、铅、锌、铁、银、砷、碲和锑量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of bismuth—

Part 14: Determination of copper,lead,zinc,iron,silver,arsenic,tellurium and antimony content—

Inductively coupled plasma atomic emission apectrometry

（预审稿）

|  |
| --- |
|  |
|       |

XXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中华人民共和国工业和信息化部      发布

前  言

YS/T 536-20XX《铋化学分析方法》共分为14部分：

——YS/T 536.1 铋化学分析方法 铜量的测定 双乙醛草酰二腙分光光度法；

——YS/T 536.2 铋化学分析方法 铁量的测定 电热原子吸收光谱法；

——YS/T 536.3 铋化学分析方法 锑量的测定 孔雀绿分光光度法；

——YS/T 536.4 铋化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法和电热原子吸收光谱法；

——YS/T 536.5 铋化学分析方法 锌量的测定 固液萃取分离-火焰原子吸收光谱法；

——YS/T 536.6 铋化学分析方法 铅量的测定 电热原子吸收光谱法；

——YS/T 536.7 铋化学分析方法 砷量的测定 原子荧光光谱法；

——YS/T 536.8 铋化学分析方法 氯量的测定 硫氰酸汞分光光度法；

——YS/T 536.9 铋化学分析方法 碲量的测定 砷共沉淀-示波极谱法；

——YS/T 536.10 铋化学分析方法 锡量的测定 铍共沉淀-分光光度法；

——YS/T 536.11 铋化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法

——YS/T 536.12 铋化学分析方法 镍量的测定 电热原子吸收光谱法。

——YS/T 536.13 铋化学分析方法 镉量的测定 电热原子吸收光谱法

——YS/T 536.14 铋化学分析方法 铜、铅、锌、铁、银、砷、碲和锑量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为YS/T 536-20XX《铋化学分析方法》的第14部分。

本标准按照GB/T1.1-2009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）提出和归口。

本部分起草单位：云南驰宏锌锗股份有限公司、昆明冶金研究院、XXXXXXX。

本部分主要起草人：

铋化学分析方法

第14部分：铜、铅、锌、铁、银、砷、碲和锑量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1. 范围

本部分规定了铋中铜、铅、锌、铁、银、砷、碲和锑量的测定方法。

本部分适用于铋中铜、铅、锌、铁、银、砷、碲和锑量的测定。测定范围见表1。

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 测定范围w/% |  | 元素 | 测定范围w/% |
| Cu | 0.0002-0.0050 |  | Ag | 0.0002-0.0300 |
| Pb | 0.0002-0.0200 |  | As | 0.0002-0.0040 |
| Zn | 0.0002-0.0070 |  | Te | 0.0002-0.0030 |
| Fe | 0.0002-0.0015 |  | Sb | 0.0002-0.0050 |

1. 方法提要

样品经硝酸、盐酸溶解，在一定酸度的情况下，进行仪器参数优化，选择特定元素谱线，采用电感耦合等离子发射光谱仪进行各元素测定,按标准工作曲线法计算各元素的质量分数。

1. 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和一级纯度的水（或相当纯度的试剂和水）。

盐酸（ρ 1.19g/mL）。

硝酸（ρ 1.42g/mL）。

盐酸（1+1）

硝酸（1+1）

盐酸（2+98）

系列标准贮存溶液：铜、铅、锌、铁、银、砷、碲和锑单元素贮存溶液（有效期内有证国家标准样品或国家标准物质），质量浓度均为1000µg/mL。

系列标准溶液：分别移取铅、锌、铁和银标准贮存溶液10mL于四个不同的1000mL容量瓶中，分别加入50mL硝酸（3.2），用水定容至刻度，此系列标准溶液的浓度为10µg/mL。

标准溶液：分别移取铜、砷、碲和锑标准贮存溶液10mL于一个1000mL容量瓶中，加入50mL硝酸（3.2），用水定容至刻度，此标准溶液的浓度为10µg/mL

系列标准溶液：分别移取铅、银标准贮存溶液（3.6）10mL于两个不同100mL容量瓶中，分别加入5mL硝酸（3.2），用水定容至刻度，此系列标准溶液的浓度为100µg/mL。

1. 仪器和设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

拟推荐元素谱线，见表2。

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Cu | Pb | Zn | Fe | Ag | As | Te | Sb |
| 谱线/nm | 324.7 | 216.9 | 213.8 | 259.9 | 328.0 | 189.0 | 214.2 | 206.8 |

1. 样品
	1. 样品状态：

样品为固体颗粒，加工至不大于2mm。

* 1. 称样量

准确称取样品1.0000g，精确至0.0001g。

1. 试验步骤
	1. 平行试验

独立地进行两次测定，取其平均值。

* 1. 空白试验

随同试料做空白试验。

* 1. 测定
		1. 试料的分解

将样品置于250mL烧杯中，加入10mL硝酸（1+1）在电炉上加热溶解，蒸至剩余2-3ml，取下稍冷，加入10ml浓盐酸，加热蒸发至2-3ml，稍冷，加入20mL盐酸（1+1），加温至完全溶解，煮沸，取下冷却，将其用盐酸(2+98)定容至50ml容量瓶中，留做待测液，用于测铜、铅、锌、铁、银、砷、碲和锑。

* + 1. 工作曲线的绘制

按表3移取标准储存溶液于一组100mL容量瓶中，加入2g铋基体（称取2.0000g5N铋粒,按试料分解方法加入2倍试剂溶解），用盐酸(2+98)定容至刻度，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，测量标准系列溶液的发射强度。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。

工作曲线的相关系数需达到0.999以上。

1. 标准溶液配制

|  |  |
| --- | --- |
| 标准浓度 | 元素 |
| Ag | As、Cu、Sb、Te | Fe | Zn | Pb |
| 储备液(ug/ml) | 移取量/ml | 储备液(ug/ml) | 移取量/ml | 储备液(ug/ml) | 移取量/ml | 储备液(ug/ml) | 移取量/ml | 储备液(ug/ml) | 移取量/ml |
| Std1 | 10（3.7） | 1 | 10（3.8） | 0.4 | 10（3.7） | 0.4 | 10（3.7） | 0.4 | 10（3.7） | 1 |
| Std2 | 2 | 2 | 1 | 2 | 2 |
| Std3 | 100（3.9） | 1 | 4 | 2 | 4 | 100（3.9） | 1 |
| Std4 | 2 | 6 | 3 | 8 | 2 |
| Std5 | 6 | 10 | 4 | 1000（3.6） | 0.2 | 4 |

* + 1. 分析结果的计算测量

在电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，选择最优仪器参数，于选定的分析谱线测量待测液及随同试料空白，按标准工作曲线法计算各元素的质量分数。

1. 试验数据处理

各元素的含量以元素的质量分数ω计，以%表示，按式（1）计算：

ω=$\frac{（C\_{1}-C\_{0}）×V}{m×1000}×100\%$ …………………………………………（1）

式中：

C0 — 空白溶液中各元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

C1 — 待测溶液中各元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

V — 待测溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m — 样品质量，单位为克（g）。

所得结果表示二位有效数字，若结果第一个有效数字为小数点后第四位，则保留一位有效数字。

1. 精密度
	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：

1. 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Cu |  ω/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Pb |  ω/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Zn |  ω/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Fe |  ω/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Ag |  ω/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| As |  ω/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Te |  ω/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Sb |  ω/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| r/% |  |  |  |  |  |  |  |  |

* 1. 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求得：

1. 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Cu |  ω/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Pb |  ω/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Zn |  ω/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Fe |  ω/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Ag |  ω/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| As |  ω/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Te |  ω/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| Sb |  ω/% |  |  |  |  |  |  |  |  |
| R/% |  |  |  |  |  |  |  |  |

1. 试验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

1. 试样；
2. 使用的标准；
3. 分析结果及其表示；
4. 与基本分析步骤的差异；
5. 测定中观察到的异常现象；
6. 试验日期。

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_