中华人民共和国有色金属行业标准

YS

ICS 77.120. 60

CCS H 13

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

湿法炼锌浸出液化学分析方法

第2部分： 杂质元素的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of zinc hydrometallurgy leaching solution— Part 2： Determination of Impurity Elements

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

（预审稿）

YS/T XXX-20XX

中华人民共和国工业和信息化部 发布

1. 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》给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

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。

本文件起草单位：云南云铜锌业股份有限公司、驰宏锌锗股份有限公司、深圳市中金岭南有限金属股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司、呼伦贝尔驰宏矿业有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、

本文件主要起草人：

湿法炼锌浸出液化学分析方法 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本部分规定了采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定湿法炼锌浸出液中杂质元素含量的方法。

本部分适用于湿法炼锌浸出液中铁、铜、镉、铟、镍、镓、钴、铅、铊、铝、锡、铬量的测定。各元素测定范围见表1。

表1 各元素的测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 测定元素 | 质量浓度（mg/L） | 测定元素 | 质量浓度（mg/L） |
| 铁 | 5.0～5000 | 钴 | 0.2～50 |
| 铜 | 0.5～5000 | 铅 | 1.0～30 |
| 镉 | 0.2～10000 | 铊 | 1.0～50 |
| 铟 | 1.0～1000 | 铝 | 0.5～50 |
| 镍 | 0.2～100 | 锡 | 0.5～10 |
| 镓 | 5.0～100 | 铬 | 5.0～50 |

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，仅所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 6682 分析实验室用水规格和实验方法

GB/T 8170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

试料经过稀释后，在3%的硝酸介质中，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-体积浓度。

5 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和GB/T 6682规定的二级水。

5.1 盐酸（ρ1.19 g/mL)。

5.2 硝酸（ρ1.42 g/mL)。

5.3 盐酸（1+1）。

5.4 硝酸（1+1）。

5.5 镍标准贮存溶液：称取 1.0000 g金属镍（*wNi*＞99.95 %）置于 300 mL烧杯中，加入50 mL硝酸（5.4)，加热溶解完全，冷却，移入 1000  mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1  mL含l mg镍。

5.6 镓标准贮存溶液：称取1.3442 g（光谱纯）三氧化二镓置于 300  mL烧杯中，加入20  mL盐酸(5.3)，置于水浴上加热溶解完全，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含 l mg镓。

5.7 钴标准贮存溶液：称取1.0000 g（*wCo*≥99.99 %）金属钴粉置于300  mL烧杯中，加入50 mL硝酸(5.4)，低温加热溶解完全，冷却，移入1000  mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含 l mg钴。

5.8 铅标准贮存溶液：称取1.0000 g（*wPb*≥99.99 %）金属铅置于300 mL烧杯中，加入100 mL硝酸(5.4)，低温加热溶解完全，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含 l mg铅。

5.9 铊标准贮存溶液：称取1.1174 g三氧化二铊（*wTl2O3*≥99.99 %）置于300 mL烧杯中，加入100 mL硝酸(5.4)，低温加热溶解完全，冷却，移入1000  mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含 l mg铊。

5.10 铝标准贮存溶液：称取1.0000 g金属铝（*wAl*≥99.99 %）置于 300 mL烧杯中，加入50 mL盐酸(5.3)，低温加热溶解完全，冷却，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含l mg铝。

5.11 铬标准贮存溶液：称取2.8289 g于130～150℃烘干过的基准重铬酸钾置于300 mL烧杯中，在水中溶解完全，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含l mg铬。

5.12 锡标准贮存溶液：称取1.0000 g金属锡（*wSn*≥99.99 %）置于300 mL烧杯中，加入100 mL盐酸(5.3)，低温加热溶解完全，冷却，移入1000 mL容量瓶中，加入150 mL盐酸（5.1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含l mg锡。

5.13 镍、镓、钴、铅、铊、铝、铬、锡混合标准溶液：分别移取50.00 mL镍标准贮存溶液（5.5）、50.00 mL镓标准贮存溶液（5.6）、25.00 mL钴标准贮存溶液（5.7）、25.00 mL铅标准贮存溶液（5.8）、25.00 mL铊标准贮存溶液（5.9）、25.00 mL铝标准贮存溶液（5.10）、25.00 mL铬标准贮存溶液（5.11）、5.00 mL锡标准贮存溶液（5.12）于500 mL容量瓶中，加入25 mL硝酸(5.4)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含100 μg镍、镓，含50μg钴、铅、铊、铝、铬，含10 μg锡。

5.14 铁、铜、镉、铟混合标准溶液：称取0.7149g于100～105℃烘干过的三氧化二铁置于 300 mL烧杯中（*wFe2O3*≥99.99 %），加入100 mL盐酸(5.3)，低温加热溶解完全，冷却；称取0.5000 g金属铜（*wCu*≥99.99 %）置于300 mL烧杯中，加入50 mL硝酸(5.4)，低温加热溶解完全，冷却；称取0.5000 g金属镉（*wCd*≥99.99 %）置于300 mL烧杯中，加入50 mL硝酸(5.4)，低温加热溶解完全，冷却；称取0.5000 g金属铟（*wIn*≥99.99 %）置于300 mL烧杯中，加入100 mL硝酸(5.4)，加热溶解完全，冷却；分别将铁、铜、镉、铟标准溶液移入1000 mL容量瓶中，加入50 mL硝酸(5.4) 用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含500 μg铁、铜、镉、铟。

5.15 锌基体溶液：湿法炼锌浸出液经过锌粉净化后的硫酸锌溶液，锌基体溶液采集后立即用快速定性滤纸过滤。

5.16 氩气（体积分数≥99.996%）。

6 仪器与设备

6.1 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，用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量11次，光强度的相对标准偏差不超过2.5%。推荐的分析谱线见表2。

表2 推荐谱线

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | Fe | Cu | Cd | In | Ni | Ga |
| 谱线波长λ/nm | 273.944  239.563 | 224.700 | 214.440 | 451.131  230.605 | 341.476 | 417.206 |
| 元素 | Co | Pb | Tl | Al | Sn | Cr |
| 谱线波长λ/nm | 228.616 | 220.353 | 351.924  190.856 | 396.153 | 189.927  189.991 | 283.563 |

7 样品

样品采集后立即用快速定性滤纸过滤。

8 分析步骤

8.1 试料

移取10.00 mL或1.00 mL样品（7）。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

不加试料，移取3mL硝酸(5.2)于100 mL容量瓶中，加入10mL锌基体溶液（5.15），用水稀释至刻度，混匀。

8.4 测定

8.4.1 按表3移取样品（7）于100 mL容量瓶中，加入3 mL硝酸(5.2)，加入锌基体溶液（5.15）， 用水稀释至刻度，混匀。当样品含量超出浓度范围时应根据样品实际含量稀释后测定，当样品含量低于浓度范围时直接测定。

表3 试料移取体积、补加锌基体溶液体积及测定体积

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 质量浓度（mg/L） | 移取试料体积  mL | 补加锌基体溶液体积（mL） | 测定体积（mL） |
| 5.0≤C*Fe*≤1000  0.5≤C*Cu*≤1000  0.2≤C*Cd*≤1000  1.0≤C*In*≤1000  0.2≤C*Ni*≤100  5.0≤C*Ga*≤100  5.0≤C*Cr*≤50  0.2≤C*Co*≤50  1.0≤C*Pb*≤30  1.0≤C*Tl*≤50  0.5≤C*Al*≤50  0.5≤C*Sn*≤10 | 10.00 | 0 | 100 |
| 1000≤C*Fe*，*Cu*≤5000  1000≤C*Cd*≤10000 | 1.00 | 9 | 100 |

8.4.2 将试液（8.4.1）于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上，在选定的各元素的分析谱线处，测量试液（8.4.1）及随同试料空白溶液（8.3）中各元素的发射强度，从工作曲线上计算出各测定元素的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 分别移取0.0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL混合标准溶液（5.13）和分别移取0.0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 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，分别加入3 mL硝酸（5.2)，加入10.00 mL锌基体溶液（5.15），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 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，测量系列标准溶液中被测元素的发射强度，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

待测元素（*x*）含量以待测元素的质量浓度计*Cx*计，数值以（mg/L）表示，按公式（1）计算：

………………..………………..…………….…(1)

式中：

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

*V1*——移取试液体积，单位为毫升（mL）；

*V2*——测定试液体积，单位为毫升（mL）；

当结果大于等于1000 mg/L时，表示到个位；当结果在100 mg/L～1000 mg/L时，表示到小数点后1位，当结果在1 mg/L～100 mg/L时，表示到小数点后2位，当结果在小于1 mg/L时，表示到小数点后3位。

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*）按表5数据采用线性内插法或外延法求得。

表3 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *CFe* /mg/L |  |  |  |  |  |
| *r* / mg/L |  |  |  |  |  |
| *CCu*/mg/L |  |  |  |  |  |
| *r* / mg/L |  |  |  |  |  |

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6数据采用线性内插法或外延法求得。

表4 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *CFe* /mg/L |  |  |  |  |  |
| *R* / mg/L |  |  |  |  |  |

11 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，GB/T XX-202X；

*——* 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。

**附 录 A**

**（资料性）**

**精密度实验原始数据**

精密度实验数据是在2023年18家实验室对湿法炼锌浸出液中杂质元素含量的5个不同水平进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的杂质元素测定7次或11次，测试的原始数据见表A.1。

**表A.1 实验室间数据统计结果**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 水平 | 结果可接受的实验室个数 | 可接受的数据个数 | 平均值  /mg/L | 重复性标准差  S*r* | 再现性标准差  S*R* | 重复性限  *r*/mg/L | 再现性限  *R*/mg/L |
| Co | 1 | 17 | 161 | 0.281 | 0.023 | 0.038 | 0.066 | 0.108 |
| 2 | 18 | 173 | 0.875 | 0.030 | 0.062 | 0.085 | 0.178 |
| 3 | 18 | 172 | 3.03 | 0.037 | 0.079 | 0.105 | 0.225 |
| 4 | 17 | 162 | 11.71 | 0.120 | 0.289 | 0.343 | 0.827 |
| 5 | 18 | 173 | 54.65 | 0.783 | 1.690 | 2.239 | 4.833 |
| Cr | 1 | 18 | 173 | 4.67 | 0.087 | 0.175 | 0.249 | 0.501 |
| 2 | 18 | 172 | 8.44 | 0.137 | 0.262 | 0.392 | 0.750 |
| 3 | 18 | 169 | 14.08 | 0.233 | 0.462 | 0.666 | 1.321 |
| 4 | 18 | 172 | 24.33 | 0.287 | 0.673 | 0.821 | 1.924 |
| 5 | 18 | 174 | 43.38 | 0.715 | 1.498 | 2.045 | 4.285 |
| Cu | 1 | 17 | 162 | 0.506 | 0.006 | 0.013 | 0.017 | 0.038 |
| 2 | 17 | 163 | 4.94 | 0.062 | 0.137 | 0.177 | 0.392 |
| 3 | 18 | 174 | 47.78 | 0.665 | 1.464 | 1.901 | 4.187 |
| 4 | 18 | 172 | 430.96 | 7.545 | 15.960 | 21.579 | 45.646 |
| 5 | 18 | 174 | 4166.4 | 73.622 | 149.227 | 210.560 | 426.790 |
| Fe | 1 | 18 | 173 | 7.64 | 0.423 | 0.792 | 1.209 | 2.265 |
| 2 | 18 | 174 | 31.69 | 0.510 | 1.097 | 1.459 | 3.138 |
| 3 | 17 | 162 | 142.96 | 1.995 | 4.435 | 5.705 | 12.685 |
| 4 | 18 | 173 | 823.25 | 13.549 | 27.672 | 38.749 | 79.143 |
| 5 | 18 | 174 | 4036.5 | 57.143 | 112.689 | 163.430 | 322.290 |
| Ga | 1 | 18 | 174 | 5.04 | 0.005 | 0.173 | 0.015 | 0.496 |
| 2 | 18 | 172 | 9.57 | 0.171 | 0.322 | 0.490 | 0.920 |
| 3 | 18 | 174 | 19.52 | 0.295 | 0.574 | 0.844 | 1.641 |
| 4 | 17 | 163 | 41.07 | 0.584 | 1.378 | 1.670 | 3.941 |
| 5 | 17 | 162 | 85.43 | 1.499 | 2.797 | 4.288 | 7.999 |
| In | 1 | 17 | 162 | 0.552 | 0.011 | 0.017 | 0.031 | 0.047 |
| 2 | 18 | 172 | 4.25 | 0.299 | 0.596 | 0.854 | 1.703 |
| 3 | 18 | 174 | 28.58 | 0.401 | 0.815 | 1.146 | 2.330 |
| 4 | 17 | 162 | 156.2 | 2.097 | 4.742 | 5.997 | 13.561 |
| 5 | 18 | 173 | 880.8 | 11.935 | 24.955 | 34.134 | 71.372 |
| Ni | 1 | 18 | 173 | 0.256 | 0.017 | 0.027 | 0.047 | 0.077 |
| 2 | 18 | 172 | 1.51 | 0.030 | 0.064 | 0.085 | 0.183 |
| 3 | 17 | 162 | 6.62 | 0.129 | 0.217 | 0.369 | 0.620 |
| 4 | 17 | 163 | 17.92 | 0.252 | 0.500 | 0.722 | 1.429 |
| 5 | 18 | 173 | 102.9 | 1.501 | 3.478 | 4.293 | 9.946 |
| Pb | 1 | 16 | 148 | 1.20 | 0.006 | 0.049 | 0.016 | 0.140 |
| 2 | 18 | 172 | 2.21 | 0.168 | 0.349 | 0.482 | 0.997 |
| 3 | 17 | 161 | 5.05 | 0.074 | 0.155 | 0.211 | 0.443 |
| 4 | 16 | 150 | 8.98 | 0.156 | 0.308 | 0.445 | 0.880 |
| 5 | 18 | 172 | 28.10 | 0.514 | 0.935 | 1.471 | 2.673 |
| Tl | 1 | 17 | 163 | 1.56 | 0.034 | 0.065 | 0.097 | 0.185 |
| 2 | 18 | 171 | 2.89 | 0.042 | 0.082 | 0.119 | 0.235 |
| 3 | 18 | 174 | 6.26 | 0.115 | 0.224 | 0.330 | 0.641 |
| 4 | 17 | 161 | 17.23 | 0.252 | 0.464 | 0.721 | 1.328 |
| 5 | 17 | 160 | 53.28 | 0.894 | 1.882 | 2.558 | 5.383 |
| Cd | 1 | 18 | 172 | 0.263 | 0.015 | 0.018 | 0.044 | 0.052 |
| 2 | 18 | 171 | 3.22 | 0.065 | 0.117 | 0.187 | 0.334 |
| 3 | 17 | 163 | 44.32 | 0.646 | 1.507 | 1.847 | 4.309 |
| 4 | 17 | 163 | 569.6 | 8.361 | 17.279 | 23.912 | 49.419 |
| 5 | 18 | 172 | 7593 | 89.472 | 186.444 | 255.890 | 533.230 |
| Al | 1 | 18 | 171 | 0.740 | 0.150 | 0.033 | 0.429 | 0.095 |
| 2 | 18 | 173 | 1.67 | 0.035 | 0.064 | 0.099 | 0.183 |
| 3 | 17 | 163 | 4.72 | 0.419 | 0.851 | 1.199 | 2.433 |
| 4 | 18 | 172 | 13.53 | 0.289 | 0.637 | 0.827 | 1.821 |
| 5 | 18 | 171 | 44.25 | 0.491 | 1.075 | 1.404 | 3.074 |
| Sn | 1 | 18 | 172 | 0.288 | 0.017 | 0.018 | 0.049 | 0.052 |
| 2 | 18 | 172 | 0.681 | 0.031 | 0.041 | 0.090 | 0.117 |
| 3 | 17 | 174 | 1.65 | 0.039 | 0.077 | 0.111 | 0.220 |
| 4 | 18 | 170 | 3.30 | 0.065 | 0.143 | 0.186 | 0.408 |
| 5 | 17 | 160 | 9.05 | 0.418 | 0.896 | 1.196 | 2.563 |