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 zinc hydrometallurgy leaching solution— Part 2： Determination of impurity elements—

Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

（送审稿）

YS/T 1415.2-20XX

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》的规定起草。

本文件是YS/T 1415《湿法炼锌浸出液化学分析方法》的第2部分。YS/T 1415已经发布了以下部分：

—第1部分：酸度的测定 络合掩蔽-中和滴定法；

—第2部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

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、云南驰宏锌锗股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司、深圳市中金岭南有限金属股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、呼伦贝尔驰宏矿业有限公司、长沙矿冶研究院检测技术有限责任公司、广东省科学院工业分析检测中心、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、紫金铜业有限公司、大冶有色设计研究院有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、湖南有色金属研究院有限责任公司、株洲冶炼集团股份有限公司、葫芦岛锌业股份有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心，广南南丹南方金属有限公司、江西铜业铅锌金属有限公司。

本文件主要起草人：冯祺、杨洪艳、刘建平、腰木拉、邓长青、李兴、杨伟、孙娅琴、张新苗、宋艳梅、高文键、杨志伟、艾显文、万有岳、林翠芳、漆欢、何金泽、叶玲玲、吴丽丽、魏文、宾明宇、曾军、黄旭东、李野、韦树燕、王丽亮、韦永保。

1. 引 言

中国乃至世界上约90%以上的铅锌冶炼企业采用湿法炼锌技术，湿法炼锌采用净化工艺脱除硫酸锌浸出液中的杂质元素，准确分析硫酸锌溶液中杂质元素的含量，有利于锌电解电效的提升，有利于铅锌冶炼过程中有价金属的综合回收，有利于铅锌矿产资源的高效开发利用，为此，本标准旨在于建立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铁、铜、镉、铟、镍、镓、钴、铅、铊、铝、锡、铬、锰、镁含量的化学分析方法。

YS/T 1415由以下部分组成：

—第1部分：酸度的测定 络合掩蔽-中和滴定法；

—第2部分：杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

电感耦合等离子体原子发射光谱法测定湿法炼锌溶液中的杂质元素，此方法样品的预处理简单，分析效率高，精密度好，环保且操作简单，为湿法炼锌行业的检测人员提供了准确、及时、高效的检测方法。

湿法炼锌浸出液化学分析方法 第2部分： 杂质元素含量的测定

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、锰、镁量的测定。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 | 铅 | 1.0～30 |
| 铜 | 0.5～5000 | 铊 | 1.0～50 |
| 镉 | 0.2～10000 | 铝 | 0.5～50 |
| 铟 | 1.0～1000 | 锡 | 0.5～10 |
| 镍 | 0.2～100 | 铬 | 5.0～50 |
| 镓 | 5.0～100 | 锰 | 4.0～13.0（g/L） |
| 钴 | 0.2～50 | 镁 | 16.0～21.0（g/L） |

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 原理

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 铁标准贮存溶液：称取1.4298g于100～105℃烘干过的三氧化二铁置于 300 mL烧杯中（*w*Fe2O3≥99.99 %），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，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含 l mg铁。

5.6 铜标准贮存溶液：称取1.000 0g金属铜（*w*Cu≥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，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铜。

5.7镉标准贮存溶液：称取1.0000 g金属镉（*w*Cd≥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，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镉。

5.8铟标准贮存溶液：称取1.0000 g金属铟（*w*In≥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，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铟。

5.9 镍标准贮存溶液：称取 1.0000 g金属镍（*w*Ni＞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。

5.10 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。

5.11 钴标准贮存溶液：称取1.0000 g（*w*Co≥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。

5.12 铅标准贮存溶液：称取1.0000 g（*w*Pb≥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。

5.13 铊标准贮存溶液：称取1.1174 g三氧化二铊（*w*Tl2O3≥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。

5.14 铝标准贮存溶液：称取1.0000 g金属铝（*w*Al≥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。

5.15 锡标准贮存溶液：称取1.0000 g金属锡（*w*Sn≥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。

5.16 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。

5.17 低含量铁、铜、镉、铟、镍、镓、钴、铅、铊、铝、锡、铬混合标准A溶液：分别移取10.00 mL铁标准贮存溶液（5.5）、10.00 mL铜标准贮存溶液（5.6）、10.00 mL镉标准贮存溶液（5.7）、10.00 mL铟标准贮存溶液（5.8）、10.00 mL镍标准贮存溶液（5.9）、10.00 mL镓标准贮存溶液（5.10）、10.00 mL钴标准贮存溶液（5.11）、10.00 mL铅标准贮存溶液（5.12）、10.00 mL铊标准贮存溶液（5.13）、10.00 mL铝标准贮存溶液（5.14）、10.00 mL锡标准贮存溶液（5.15）、10.00 mL铬标准贮存溶液（5.16）于100 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸(5.4)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含100 μg铁、铜、镉、铟、镍、镓、钴、铅、铊、铝、锡、铬。

5.18 低含量铁、铜、镉、铟、镍、镓、钴、铅、铊、铝、锡、铬混合标准B溶液：移取10.00 mL低含量铁、铜、镉、铟、镍、镓、钴、铅、铊、铝、锡、铬混合标准A溶液（5.17）于1000 mL容量瓶中，加入5 mL硝酸(5.4)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含1.00μg铁、铜、镉、铟、镍、镓、钴、铅、铊、铝、锡、铬。

5.19 镍、镓、钴、铅、铊、铝、锡、铬混合标准C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。

5.20 铁标准溶液：称取0.7149g于100～105℃烘干过的三氧化二铁置于 300 mL烧杯中（*w*Fe2O3≥99.99 %），加入100 mL盐酸(5.3)，低温加热溶解完全，冷却。

5.21 铜、镉、铟混合标准溶液：称取0.5000 g金属铜（*w*Cu≥99.99 %）、0.5000 g金属镉（*w*Cd≥99.99 %）、0.5000 g金属铟（*wIn*≥99.99 %）置于500 mL烧杯中，加入150 mL硝酸(5.4)，低温加热溶解完全，冷却。

5.22 铁、铜、镉、铟混合标准D溶液：分别将铁标准溶液（5.20）、铜、镉、铟混合标准溶液（5.21）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。

5.23 锰镁混合标准溶液A：分别称取高纯锰粉（*w*Mn≥99.9 %）0.0500 g和基准氧化镁（*w*MgO≥99.9% ，在650℃灼烧过）0.1658g于300mL烧杯中，加入60mL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，贮存于聚乙烯容器中保存。此溶液1 mL分别含50 μg锰，100μg镁。

5.24 锰镁混合标准溶液B：分别称取高纯锰粉（*wMn*≥99.9 %）0.1000 g和基准氧化镁（*w*MgO≥99.9% ，在650℃灼烧过）0.3316 g于300 mL烧杯中，加入60 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，贮存于聚乙烯容器中保存。此溶液1 mL分别含100 μg锰，200 μg镁。

5.25 锰镁混合标准溶液C：分别称取高纯锰粉（*wMn*≥99.9 %）0.2000 g和基准氧化镁（*w*MgO≥99.9% ，在650℃灼烧过）0.6632 g于300 mL烧杯中，加入60 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，贮存于聚乙烯容器中保存。此溶液1 mL分别含200 μg锰，400 μg镁。

5.26 锰镁混合标准溶液D：分别称取高纯锰粉（*wMn*≥99.9 %）0.3000 g和基准氧化镁（*w*MgO≥99.9% ，在650℃灼烧过）0.9948 g于300 mL烧杯中，加入60 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，贮存于聚乙烯容器中保存。此溶液1 mL分别含300 μg锰，600 μg镁。

5.27 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，或是用硫酸锌试剂配置成与样品锌含量一致的硫酸锌溶液。

5.28 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 | 273.944239.563 | 224.700 | 214.440 | 451.131230.605 | 341.476 | 417.206 |
| 元素 | Co | Pb | Tl | Al | Sn | Cr |
| 谱线波长λ/nm | 228.616 | 220.353 | 351.924190.856 | 396.153 | 189.927189.991 | 283.563 |
| 元素 | Mn | Mg |  |  |  |  |
| 谱线波长λ/nm | 257.610 | 285.213 |  |  |  |  |
| 注：Mn、Mg用径向衰减观测方式，其余元素用轴向观测方式。 |

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，或移取与锌基体浓度一致的样品（7），分析锰镁取5.00 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（5.27），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（5.27）， 用水稀释至刻度，混匀。当样品含量浓度低于20mg/L时，用低含量铁、铜、镉、铟、镍、镓、钴、铅、铊、铝、锡、铬标准曲线测定，当样品含量高于20mg/L时，用高含量铁、铜、镉、铟、镍、镓、钴、铅、铊、铝、锡、铬曲线测定，当样品含量高于高含量铁、铜、镉、铟、镍、镓、钴、铅、铊、铝、锡、铬曲线浓度范围，根据样品实际含量稀释后测定。

 分析锰镁时将移取的样品（7）于250 mL容量瓶中，加入7.5mL硝酸(5.2)，用水稀释至刻度，混匀。用锰镁标准曲线测定。

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（5.27）mL | 测定体积mL |
| 5.0≤C*Fe*≤10000.5≤C*Cu*≤10000.2≤C*Cd*≤10001.0≤C*In*≤10000.2≤C*Ni*≤1005.0≤C*Ga*≤1005.0≤C*Cr*≤500.2≤C*Co*≤501.0≤C*Pb*≤301.0≤C*Tl*≤500.5≤C*Al*≤500.5≤C*Sn*≤10 | 10.00 | — | 100 |
| 1000≤C*Fe*，*Cu*≤50001000≤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 低含量铁、铜、镉、铟、镍、镓、钴、铅、铊、铝、锡、铬标准曲线：移取分别移取0.0 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL混合标准溶液（5.18）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（5.27），用水稀释至刻度，混匀，此标准溶液用于测定低含量的铁、铜、镉、铟、镍、镓、钴、铅、铊、铝、锡、铬。

8.5.2 高含量铁、铜、镉、铟、镍、镓、钴、铅、铊、铝、锡、铬混合标准E溶液: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（5.19）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（5.22）于一组100 mL容量瓶中，分别加入3 mL硝酸（5.2)和10.00 mL锌基体溶液（5.27），用水稀释至刻度，混匀，此溶液用于测定高含量的铁、铜、镉、铟、镍、镓、钴、铅、铊、铝、锡、铬。

8.5.3 用锰镁混合标准溶液A（5.23）、锰镁混合标准溶液B（5.24）、锰镁混合标准溶液C（5.25）、锰镁混合标准溶液D（5.26）测定锰镁标准曲线。

8.5.4 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：

$C\_{x}=\frac{ρ\_{x}V\_{2}}{V\_{1}}$………………..………………..…………….…(1)

式中：

$ρ$*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）；

*V*1——移取试液体积，单位为毫升（mL）；

*V*2——测定试液体积，单位为毫升（mL）；

当结果＞1000 mg/L时，表示到个位；当结果＞100 mg/L～1000 mg/L时，表示到小数点后1位，当结果＞1 mg/L～100 mg/L时，表示到小数点后2位，当结果≤1 mg/L时，表示到小数点后3位，锰镁用g/L单位计量，表示到小数点后2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4数据采用线性内插法或外延法求得。

表4 重复性限（*r*）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *CCo* /mg/L | 0.281 | 0.875 | 3.03 | 11.71 | 54.65 |
| *r* / mg/L | 0.066 | 0.085 | 0.11 | 0.34 | 2.24 |
| *CCr*/mg/L | 4.67 | 8.44 | 14.08 | 24.33 | 43.38 |
| *r* / mg/L | 0.25 | 0.39 | 0.67 | 0.82 | 2.04 |
| *CCu*/mg/L | 0.506 | 4.94 | 47.78 | 430.9 | 4166.4 |
| *r* / mg/L | 0.017 | 0.18 | 1.90 | 21.58 | 210.56 |
| *CFe*/mg/L | 7.64 | 31.69 | 142.9 | 823.3 | 4036.5 |
| *r* / mg/L | 1.21 | 1.46 | 5.70 | 38.75 | 163.43 |
| *CGa*/mg/L | 5.04 | 9.57 | 19.52 | 41.07 | 85.43 |
| *r* / mg/L | 0.015 | 0.49 | 0.84 | 1.67 | 4.23 |
| *CIn* /mg/L | 0.552 | 4.25 | 28.58 | 156.2 | 880.8 |
| *r* / mg/L | 0.031 | 0.85 | 1.15 | 5.99 | 34.13 |
| *CNi* /mg/L | 0.256 | 1.51 | 6.62 | 17.92 | 102.9 |
| *r* / mg/L | 0.047 | 0.085 | 0.37 | 0.72 | 4.29 |
| *CPb* /mg/L | 1.2 | 2.21 | 5.05 | 8.98 | 28.1 |
| *r* / mg/L | 0.016 | 0.48 | 0.21 | 0.44 | 1.47 |
| *CTl* /mg/L | 1.56 | 2.89 | 6.26 | 17.23 | 53.28 |
| *r* / mg/L | 0.097 | 0.12 | 0.33 | 0.72 | 2.56 |
| *CCd* /mg/L | 0.263 | 3.22 | 44.32 | 569.6 | 7593 |
| *r* / mg/L | 0.044 | 0.19 | 1.85 | 23.91 | 255.89 |
| *CAl* /mg/L | 0.74 | 1.67 | 4.72 | 13.53 | 44.25 |
| *r* / mg/L | 0.43 | 0.099 | 1.20 | 0.83 | 1.40 |
| *CSn* /mg/L | 0.288 | 0.681 | 1.65 | 3.3 | 9.05 |
| *r* / mg/L | 0.049 | 0.09 | 0.11 | 0.19 | 1.20 |
| *CMn*/g/L | 4.25 | 7.45 | 10.53 | 13.66 |  |
| *r* / g/L | 0.23 | 0.36 | 0.49 | 0.58 |  |
| *CMg*/g/L | 16.69 | 18.55 | 20.89 |  |  |
| *r* / g/L | 0.846 | 0.983 | 1.12 |  |  |

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5数据采用线性内插法或外延法求得。

表5 再现性限（*R*）

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *CCo* /mg/L | 0.281 | 0.875 | 3.03 | 11.71 | 54.65 |
| *R / mg/L* | 0.11 | 0.18 | 0.23 | 0.83 | 4.83 |
| *CCr*/mg/L | 4.67 | 8.44 | 14.08 | 24.33 | 43.38 |
| *R / mg/L* | 0.50 | 0.75 | 1.32 | 1.92 | 4.28 |
| *CCu*/mg/L | 0.506 | 4.94 | 47.78 | 430.96 | 4166.4 |
| *R / mg/L* | 0.038 | 0.39 | 4.19 | 45.65 | 426.8 |
| *CFe*/mg/L | 7.64 | 31.69 | 142.9 | 823.2 | 4036.5 |
| *R / mg/L* | 2.26 | 3.14 | 12.69 | 79.14 | 322.3 |
| *CGa*/mg/L | 5.04 | 9.57 | 19.52 | 41.07 | 85.43 |
| *R / mg/L* | 0.50 | 0.92 | 1.64 | 3.94 | 8.00 |
| *CIn* /mg/L | 0.552 | 4.25 | 28.58 | 156.2 | 880.8 |
| *R / mg/L* | 0.047 | 1.70 | 2.33 | 13.56 | 71.37 |
| *CNi* /mg/L | 0.256 | 1.51 | 6.62 | 17.92 | 102.9 |
| *R / mg/L* | 0.077 | 0.183 | 0.62 | 1.43 | 9.95 |
| *CPb* /mg/L | 1.2 | 2.21 | 5.05 | 8.98 | 28.1 |
| *R / mg/L* | 0.14 | 1.00 | 0.44 | 0.88 | 2.67 |
| *CTl* /mg/L | 1.56 | 2.89 | 6.26 | 17.23 | 53.28 |
| *R / mg/L* | 0.18 | 0.24 | 0.64 | 1.33 | 5.38 |
| *CCd* /mg/L | 0.263 | 3.22 | 44.32 | 569.6 | 7593 |
| *R / mg/L* | 0.052 | 0.33 | 4.31 | 49.42 | 533.2 |
| *CAl* /mg/L | 0.74 | 1.67 | 4.72 | 13.53 | 44.25 |
| *R / mg/L* | 0.095 | 0.18 | 2.43 | 1.82 | 3.07 |
| *CSn* /mg/L | 0.288 | 0.681 | 1.65 | 3.3 | 9.05 |
| *R / mg/L* | 0.052 | 0.12 | 0.22 | 0.41 | 2.56 |
| *CMn*/g/L | 4.25 | 7.45 | 10.53 | 13.66 |  |
| *r* / g/L | 0.39 | 0.65 | 0.97 | 1.22 |  |
| *CMg*/g/L | 16.69 | 18.55 | 20.89 |  |  |
| *r* / g/L | 1.52 | 2.02 | 2.29 |  |  |

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

11 试验报告

试验报告应包括以下内容：

*——* 试样；

*——* 本文件编号；

*——* 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 | 离群数据实验室代码 | 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 | 8、17 | 0.281  | 0.023  | 0.038  | 0.066  | 0.108  |
| 2 | 18 | 173 | 9 | 0.875  | 0.030  | 0.062  | 0.085  | 0.178  |
| 3 | 18 | 172 | 4 | 3.03  | 0.037  | 0.079  | 0.105  | 0.225  |
| 4 | 17 | 162 | 5、18 | 11.71  | 0.120  | 0.289  | 0.343  | 0.827  |
| 5 | 18 | 173 | 12 | 54.65  | 0.783  | 1.690  | 2.239  | 4.833  |
| Cr | 1 | 18 | 173 | 6 | 4.67  | 0.087  | 0.175  | 0.249  | 0.501  |
| 2 | 18 | 172 | 6 | 8.44  | 0.137  | 0.262  | 0.392  | 0.750  |
| 3 | 18 | 169 | 14 | 14.08  | 0.233  | 0.462  | 0.666  | 1.321  |
| 4 | 18 | 172 | 6 | 24.33  | 0.287  | 0.673  | 0.821  | 1.924  |
| 5 | 18 | 174 | 10 | 43.38  | 0.715  | 1.498  | 2.045  | 4.285  |
| Cu | 1 | 17 | 162 | 12、17 | 0.506  | 0.006  | 0.013  | 0.017  | 0.038  |
| 2 | 17 | 163 | 12、13 | 4.94  | 0.062  | 0.137  | 0.177  | 0.392  |
| 3 | 18 | 174 | 7 | 47.78  | 0.665  | 1.464  | 1.901  | 4.187  |
| 4 | 18 | 172 | 6 | 430.96  | 7.545  | 15.960  | 21.579  | 45.646  |
| 5 | 18 | 174 | 12 | 4166.4 | 73.622  | 149.227  | 210.560  | 426.790  |
| Fe | 1 | 18 | 173 | 17 | 7.64  | 0.423  | 0.792  | 1.209  | 2.265  |
| 2 | 18 | 174 | 12 | 31.69  | 0.510  | 1.097  | 1.459  | 3.138  |
| 3 | 17 | 162 | 12、16 | 142.96  | 1.995  | 4.435  | 5.705  | 12.685  |
| 4 | 18 | 173 | 16 | 823.25  | 13.549  | 27.672  | 38.749  | 79.143  |
| 5 | 18 | 174 | 3 | 4036.5 | 57.143  | 112.689  | 163.430  | 322.290  |
| Ga | 1 | 18 | 174 | 17 | 5.04  | 0.005  | 0.173  | 0.015  | 0.496  |
| 2 | 18 | 172 | 17 | 9.57  | 0.171  | 0.322  | 0.490  | 0.920  |
| 3 | 18 | 174 | 17 | 19.52  | 0.295  | 0.574  | 0.844  | 1.641  |
| 4 | 17 | 163 | 7、17 | 41.07  | 0.584  | 1.378  | 1.670  | 3.941  |
| 5 | 17 | 162 | 6、17 | 85.43  | 1.499  | 2.797  | 4.288  | 7.999  |
| In | 1 | 17 | 162 | 5 | 0.552  | 0.011  | 0.017  | 0.031  | 0.047  |
| 2 | 18 | 172 | 6、10 | 4.25  | 0.299  | 0.596  | 0.854  | 1.703  |
| 3 | 18 | 174 | 2 | 28.58  | 0.401  | 0.815  | 1.146  | 2.330  |
| 4 | 17 | 162 | 2、12 | 156.2  | 2.097  | 4.742  | 5.997  | 13.561  |
| 5 | 18 | 173 | 7 | 880.8  | 11.935  | 24.955  | 34.134  | 71.372  |
| Ni | 1 | 18 | 173 | 15 | 0.256 | 0.017  | 0.027  | 0.047  | 0.077  |
| 2 | 18 | 172 | 6 | 1.51 | 0.030  | 0.064  | 0.085  | 0.183  |
| 3 | 17 | 162 | 6、17 | 6.62 | 0.129  | 0.217  | 0.369  | 0.620  |
| 4 | 17 | 163 | 6、18 | 17.92 | 0.252  | 0.500  | 0.722  | 1.429  |
| 5 | 18 | 173 | 17 | 102.9  | 1.501  | 3.478  | 4.293  | 9.946  |
| Pb | 1 | 16 | 148 | 5、12 | 1.20 | 0.006  | 0.049  | 0.016  | 0.140  |
| 2 | 18 | 172 | 12 | 2.21 | 0.168  | 0.349  | 0.482  | 0.997  |
| 3 | 17 | 161 | 12、18 | 5.05 | 0.074  | 0.155  | 0.211  | 0.443  |
| 4 | 16 | 150 | 12、14 | 8.98 | 0.156  | 0.308  | 0.445  | 0.880  |
| 5 | 18 | 172 | 6 | 28.10 | 0.514  | 0.935  | 1.471  | 2.673  |
| Tl | 1 | 17 | 163 | 6、12 | 1.56 | 0.034  | 0.065  | 0.097  | 0.185  |
| 2 | 18 | 171 | 7 | 2.89 | 0.042  | 0.082  | 0.119  | 0.235  |
| 3 | 18 | 174 | 2 | 6.26 | 0.115  | 0.224  | 0.330  | 0.641  |
| 4 | 17 | 161 | 6、17 | 17.23 | 0.252  | 0.464  | 0.721  | 1.328  |
| 5 | 17 | 160 | 6、10 | 53.28 | 0.894  | 1.882  | 2.558  | 5.383  |
| Cd | 1 | 18 | 172 | 13 | 0.263 | 0.015  | 0.018  | 0.044  | 0.052  |
| 2 | 18 | 171 | 7 | 3.22  | 0.065  | 0.117  | 0.187  | 0.334  |
| 3 | 18 | 173 | 18 | 44.32 | 0.646  | 1.507  | 1.847  | 4.309  |
| 4 | 18 | 173 | 12 | 569.6 | 8.361  | 17.279  | 23.912  | 49.419  |
| 5 | 18 | 172 | 12 | 7593  | 89.472  | 186.444  | 255.890  | 533.230  |
| Al | 1 | 18 | 171 | 5 | 0.740 | 0.150  | 0.033  | 0.429  | 0.095  |
| 2 | 18 | 173 | 5 | 1.67 | 0.035  | 0.064  | 0.099  | 0.183  |
| 3 | 17 | 163 | 5、15 | 4.72 | 0.419  | 0.851  | 1.199  | 2.433  |
| 4 | 18 | 172 | 5 | 13.53  | 0.289  | 0.637  | 0.827  | 1.821  |
| 5 | 18 | 171 | 5 | 44.25  | 0.491  | 1.075  | 1.404  | 3.074  |
| Sn | 1 | 18 | 172 | 11 | 0.288 | 0.017  | 0.018  | 0.049  | 0.052  |
| 2 | 18 | 172 | 6 | 0.681 | 0.031  | 0.041  | 0.090  | 0.117  |
| 3 | 17 | 174 | 7、12 | 1.65 | 0.039  | 0.077  | 0.111  | 0.220  |
| 4 | 18 | 170 | 6 | 3.30 | 0.065  | 0.143  | 0.186  | 0.408  |
| 5 | 17 | 160 | 12、18 | 9.05 | 0.418  | 0.896  | 1.196  | 2.563  |
| Mn | 1 | 10 | 93 | 17 | 4.25 | 0.0811 | 0.137 | 0.232 | 0.392 |
| 2 | 10 | 93 | 5 | 7.45 | 0.125 | 0.228 | 0.358 | 0.652 |
| 3 | 10 | 92 | 16 | 10.53 | 0.171 | 0.339 | 0.489 | 0.969 |
| 4 | 10 | 92 | 17 | 13.66 | 0.204 | 0.425 | 0.583 | 1.215 |
| Mg | 1 | 8 | 80 | 5、15 | 16.69 | 0.296 | 0.532 | 0.846 | 1.522 |
| 2 | 9 | 86 | 6 | 18.55 | 0.344 | 0.706 | 0.983 | 2.02 |
| 3 | 10 | 87 | 2 | 20.89 | 0.391 | 0.801 | 1.12 | 2.29 |