YS

ICS 77.120.99

CCS H 14

ICS 77.120.99

CCS H 14

ICS 77.120.99

CCS H 14

ICS 77.120.99

CCS H 14

中华人民共和国工业和信息化部 发布

202×-××-××实施

202×-××-××发布

铅锌冶炼水淬渣化学分析方法

多元素的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of water-quenched slag from lead-zinc smelting

Determination of multiple elements

-Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry.

（预审稿）

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T XXXX—202X

YS/T XXXX—202X

YS/T XXXX—202X

YS/T XXXX—202X

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：XXXX、XXXX、XXXX、XXXX、XXXX。

本文件主要起草人：XXXX、XXXX、XXXX、XXXX、XXXX、XXXX、XXXX。

铅锌冶炼水淬渣化学分析方法

多元素的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

警示—使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了铅锌冶炼水淬渣中氧化钙、铁、二氧化硅、氧化镁、氧化铝、镉、铜、铅、锗、镓、锑、钴、砷、锌、钠、锰、镍、锡和铬的测定方法。

本文件适用于铅锌冶炼水淬渣中氧化钙、铁、二氧化硅、氧化镁、氧化铝、镉、铜、铅、锗、镓、锑、钴、砷、锌、钠、锰、镍、锡和铬含量的测定。测定范围见表1。

表1 各元素的测定范围

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 检测范围/% | 元素 | 检测范围/% |
| CaO | 3~18 | Sb | 0.0020~0.30 |
| Fe | 20 ~ 45 | Co | 0.0020~0.030 |
| SiO2 | 20 ~ 25 | As | 0.0030~0.50 |
| MgO | 1 ~ 2 | Zn | 0.80~15.00 |
| Al2O3 | 2~12 | Na | 0.30~2.00 |
| Cd | 0.0020~0.0070 | Mn | 0.10~1.00 |
| Cu | 0.14~3.00 | Ni | 0.0010~0.030 |
| Pb | 0.010~2.00 | Sn | 0.010~0.10 |
| Ga | 0.0050~0.030 | Cr | 0.040~0.30 |
| Ge | 0.0040~0.050 |  |  |

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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

试料以混合酸（3体积盐酸和1体积硝酸，现配现用）和氢氟酸为消解试剂，经微波消解，在稀酸介质中，用电感耦合等离子体原子发射光谱仪，于被测元素的特征谱线处测量其发射强度，根据工作曲线计算得到被测元素的质量浓度，以质量分数表示测定结果。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水：符合GB/T 6682，二级及以上。

5.2 盐酸（*ρ*=1.19 g/mL）。

5.3 硝酸（*ρ*=1.42 g/mL）。

5.4 氢氟酸（*ρ*=1.13 g/mL）。

5.5 高氯酸（*ρ*=1.67 g/mL）。

5.6 4%硼酸溶液。

5.7 混合酸（3体积盐酸和1体积硝酸，现配现用）。

5.8 标准贮存溶液：铁、二氧化硅、钠、采用有效期内有证书的单元素标准贮存溶液，质量浓度为1000 µg/ml。钙、镁、铝、镉、铜、铅、锗、镓、锑、钴、砷、锌、锰、镍、锡和铬采用有效期内有证书的多元素标准贮存溶液，质量浓度为1000µg/ml。

5.9 混合标准溶液A：分别移取10.00 mL钠和多元素标准贮存溶液于100 mL塑料容量瓶中，加入5 mL混合酸（5.7），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含100 µg钠、钙、镁、铝、镉、铜、铅、锗、镓、锑、钴、砷、锌、锰、镍、锡和铬。

5.10 混合标准溶液B：分别移取10.00 mL铁和二氧化硅标准贮存溶液于100 mL塑料容量瓶中，加入5 mL混合酸（5.7），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL分别含100 µg铁和二氧化硅。

5.11 氩气（体积分数≥99.99%）。

6 仪器和设备

6.1密闭加压微波消解装置：微波消解仪。微波消解仪应有合格的安全保护装置和卸压装置。

6.2电感耦合等离子体原子发射光谱仪。在仪器最佳工作条件下，凡是达到下列指标者均可使用：

——仪器分辨率：200 nm处光谱分辨率应小于0.01 nm。

——仪器的短期稳定性：测量10次最小浓度的标准溶液中各元素的发射强度，计算其标准偏差，其相对标准偏差应小于2.0%。

——各元素的推荐分析谱线波长见表2。

表2 被测元素的推荐谱线

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 谱线波长/nm | 元素 | 谱线波长/nm |
| Ca | 396.84 | Sb | 217.851 |
| Fe | 259.94 | Co | 228.61 |
| Si | 288.16/212.41 | As | 189.04 |
| Mg | 285.21 | Zn | 213.86 |
| Al | 396.15 | Na | 589.59 |
| Cd | 226.50 | Mn | 257.61 |
| Cu | 324.75 | Ni | 231.60 |
| Pb | 220.35 | Sn | 189.99 |
| Ga | 294.36 | Cr | 205.62 |
| Ge | 209.43 |  |  |

7 样品

7.1样品粒度应不大于0.096 mm。。

7.2样品应在105℃±5℃烘箱中烘干2 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

8 试验步骤

8.1 试料

称取0.10 g样品，精确至0.0001 g。

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（8.1）做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 此溶样方法适用于铁、二氧化硅、镉、铜、铅、锗、镓、锑、钴、砷、锌、钠、锰、镍、锡和铬含量的测定

将试料（8.1）置于微波消解管中，加入5mL混合酸（5.7）和1mL氢氟酸（5.4），微波辅助消解至样品溶解完全，冷却至室温，加入10 mL饱和硼酸溶液（5.6），定容于100 mL容量瓶中。

按照表3 分取试液于相应体积的容量瓶中，加入10 mL饱和硼酸溶液（5.6），【待讨论：测硅时，硅空白溶液加了30mL饱和硼酸溶液（5.6）】以水定容。若仪器配备氢氟酸（6.2）进样系统，可以不加硼酸溶液（5.6）。

表3定容及分取体积

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 质量浓度/% | 分取体积/mL | 测定体积/mL | 补加混合酸（5.7）/mL |
| 0.0020~0.50 | — | — | — |
| >0.50 | 5 | 100 | 5 |

8.4.2 此溶样方法适用于氧化钙、氧化镁和氧化铝含量的测定

将试料（8.1）置于微波消解管中，加入5mL混合酸（5.7）和1mL氢氟酸（5.4），微波辅助消解至样品溶解完全，冷却至室温。将试料溶液移至100 mL聚四氟乙烯烧杯中，加入2mL高氯酸（5.5），加热冒浓白烟至近干，取下冷却，用少量水吹洗杯壁，加5mL混合酸（5.7）,10 mL水，加热煮沸20 min，取下冷却至室温。将试料溶液移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。按表3进行分取。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1标准曲线Ⅰ

分别移取0 mL、0.1mL、0.2mL、0.5 mL、1.00mL、3.00mL、5.0mL和10.0mL混合标准溶液A于一系列100mL容量瓶中，并加入5 mL混合酸（5.7），稀释至刻度，混匀。

8.5.2标准曲线Ⅱ

分别移取0mL、5mL、10mL、20mL、30mL混合标准溶液B于一系列100mL容量瓶中，加入5 mL混合酸（5.7），稀释至刻度，混匀。

8.5.3 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，测定系列标准溶液中各待测元素的光谱强度。分别以待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，各元素工作曲线的相关系数不小于0.9996。

9 试验数据处理

待测元素含量以质量分数*w*x计，按公式（1）计算：

 ** …………………（1）

式中：

*ρx*——样品溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ*0——空白溶液中被测元素的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V1*——定容体积，单位为毫升（mL）；

*V3*——测定体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

*V2*——分取体积，单位为毫升（mL）。

被测元素质量分数小于1.00 %时，计算结果保留两位有效数字；被测元素质量分数大于1.00 %时，计算结果表示至小数点后两位。数值修约按GB/T 8170的规定执行。

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，在表3给出的平均值范围内，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*）采用线性内插法或外延法求得。精密度实验原始数据参见附录A。

表4 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 |  |  |  |  |  |  |  |  |
| *w/%* |  |  |  |  |  |  |  |  |
| *r/%* |  |  |  |  |  |  |  |  |

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，在表4给出的平均值范围内，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或外延法求得。精密度实验原始数据参见附录A。

表5 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 |  |  |  |  |  |  |  |  |
| *w/%* |  |  |  |  |  |  |  |  |
| *R/%* |  |  |  |  |  |  |  |  |

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。