

中华人民共和国国家标准

GB/T 23607—2009

铜阳极泥化学分析方法 砷、铋、铁、镍、铅、锑、硒、碲量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of copper anode mud—
Determination of arsenic, bismuth, iron, nickel, lead, antimony,
selenium and tellurium content—
Inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry

2009-04-15 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会



前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由铜陵有色金属集团控股有限公司负责起草。

本标准由北方铜业股份有限公司侯马冶炼厂、江西铜业集团公司、湖北大冶有色金属公司、云南铜业股份有限公司参加起草。

本标准主要起草人：李琴美、姜丽红、邵从和、汪实富、何秀梅、白文会、杨红生、袁功启、施小英、郑文英。

铜阳极泥化学分析方法
砷、铋、铁、镍、铅、锑、硒、碲量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准规定了 ICP-AES 法测定铜阳极泥中砷、铋、铁、镍、铅、锑、硒、碲含量的方法。
本标准适用于铜阳极泥中砷、铋、铁、镍、铅、锑、硒、碲的测定。测定范围见表 1。

表 1 测定范围

元素	As	Bi	Fe	Ni
含量(质量分数)/%	0.50~5.00	0.20~4.00	0.05~0.50	0.10~4.00
元素	Pb	Sb	Se	Te
含量(质量分数)/%	1.00~10.0	0.50~8.0	0.50~4.00	0.20~4.00

2 方法提要

试料经王水和饱和氟化氢铵分解,试液控制一定的酸度,采用电感耦合等离子体原子发射光谱法可直接测定铜阳极泥中 As、Bi、Fe、Ni、Pb、Sb、Se、Te 杂质含量。

3 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。

- 3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.3 硝酸(1+1)。
- 3.4 王水:盐酸+硝酸(3+1)。
- 3.5 酒石酸溶液:200 g/L。
- 3.6 饱和氟化氢铵溶液。
- 3.7 纯物质:质量分数不小于 99.99% 的纯铋、纯铁、纯镍、纯铅、纯碲、纯锑、纯硒。
- 3.8 铋标准贮存溶液(Bi5.0 mg/mL):称取 1.000 0 g 纯铋(3.7)于 200 mL 烧杯中;加入 30 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,加热至完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,取下冷却,移入 200 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。
- 3.9 铁标准贮存溶液(Fe0.50 mg/mL):称取 0.250 0 g 纯铁(3.7)于 200 mL 烧杯中;加入 30 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,加热至完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,取下冷却,移入 500 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。
- 3.10 镍标准贮存溶液(Ni5.0 mg/mL):称取 1.000 0 g 纯镍(3.7);于 200 mL 烧杯中;加入 30 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,加热至完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,取下冷却,移入 200 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。
- 3.11 铅标准贮存溶液(Pb15.0 mg/mL):称取 3.000 0 g 纯铅(3.7);于 200 mL 烧杯中;加入 50 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,加热至完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,取下冷却,移入 200 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。

3.12 碲标准贮存溶液(Te5.0 mg/mL):称取 1.000 0 g 纯碲(3.7);于 200 mL 烧杯中;加入 30 mL 硝酸(3.3),盖上表皿,加热至完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,取下冷却;移入 200 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。

3.13 砷标准贮存溶液(As5.00 mg/mL):称取 1.320 3 g 三氧化二砷(质量分数不小于 99.9%)于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),搅拌使其溶解后,加 20 mL 水,2 滴酚酞乙醇溶液(1 g/L)以硝酸(3.3)中和至红色刚消失,再过量 2 mL。移入 200 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。

3.14 锑标准贮存溶液(Sb15.00 mg/mL):称取 3.000 0 g 纯锑(3.7)于 200 mL 烧杯中,加入 3 g 酒石酸 50 mL 硝酸(3.3)置于电热板上加热至溶解完全,取下冷却。移入已盛有 20 mL 硝酸的 200 mL 容量瓶中,稀释至刻度,混匀。

3.15 硒标准贮存溶液(Se5.0 g/mL)。称取 1.000 0 g 纯硒(3.7)于 200 mL 烧杯中,加 20 mL 硝酸(3.3)于水浴上溶解完全,取下冷却。移入 200 mL 容量瓶中并稀释至刻度,混匀。

3.16 铋、铁、镍、铅、碲混合标准溶液(Bi0.50 mg/mL、Fe0.050 mg/mL、Ni0.50 mg/mL、Pb1.50 mg/mL、Te0.50 mg/mL):分别移取 10 mL 标准贮存溶液 3.8、3.9、3.10、3.11、3.12 于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.2),以水稀释至刻度,混匀。

3.17 砷、锑、硒混合标准溶液(As0.50 mg/mL、Sb1.50 mg/mL、Se0.50 mg/mL):分别移取 10 mL 标准贮存溶液 3.13、3.14、3.15 于 100 mL 容量瓶中,加入 20 mL 硝酸(3.2),5 mL 酒石酸溶液(3.5),以水稀释至刻度,混匀。

4 仪器

- 电感耦合等离子体发射光谱仪,配备雾化进样系统。
- 光源:等离子光源,使用功率不小于 750 W。
- 高纯氩气(含 Ar 质量分数不小于 99.99%)。
- 测定元素推荐分析谱线参见附录 A。
- 仪器的参考工作条件如表 2。

表 2

功率/W	辅助气/(L/min)	雾室压力/PSI(kPa)	泵速/(r/min)	长波积分时间/s	短波积分时间/s
1 100	0.5	26(179)	100	15	25

5 试样

试样应过 0.1 mm 筛,在 100 ℃~105 ℃烘箱中烘至恒重,置于干燥器中冷至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取试样(5)0.2 g~0.5 g,精确至 0.000 1 g。
独立地进行二次测定,取其平均值。

6.2 标准工作曲线

分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 铋、铁、镍、铅、碲混合标准溶液(3.16)和 10.00 mL、5.00 mL、2.00 mL、1.00 mL、0.50 mL、0.00 mL 砷、锑、硒混合标准溶液(3.17)于一组 100 mL 容量瓶中,加 10.0 mL 王水(3.4),2 mL 酒石酸溶液(3.5),以水稀至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含被测元素量如表 3。

表 3 标准工作曲线

单位为微克每毫升

序列号	1	2	3	4	5	6
Bi	0.00	2.50	5.00	10.00	25.00	50.00
Fe	0.00	0.25	0.50	1.00	2.50	5.00
Ni	0.00	2.50	5.00	10.00	25.00	50.00
Pb	0.00	7.50	15.00	30.00	75.00	150.00
Te	0.00	2.50	5.00	10.00	25.00	50.00
As	50.00	25.00	10.00	5.00	2.50	0.00
Sb	150.00	75.00	30.00	7.50	0.00	0.00
Se	50.00	25.00	10.00	5.00	2.50	0.00

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 100 mL 三角烧杯中(随同试料做空白实验),用水湿润,加入 0.25 mL(约 4 滴~5 滴)饱和氟化氢铵饱和溶液(3.6),20 mL 王水(3.4),5 mL 酒石酸溶液(3.5),盖上表皿,低温溶解完全,蒸至小体积时取下稍冷,用水冲洗表皿及杯壁,微沸溶解盐类,取下冷却,加入 25 mL 王水(3.4),移于 250 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 将分析试液(6.3.1)与标准溶液(6.2)在选定的工作条件下同时进行等离子体光谱测定。在电感耦合等离子体光谱仪上,与系列标准溶液平行测量试液的谱线强度,扣除空白强度,测定 2 次,取平均值,从工作曲线上确定被测元素的浓度。测定元素的分析谱线参见附录 A。

7 分析结果的计算

按式(1)计算各元素的质量分数 $w(X)$,数值以%表示:

$$w(X) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X——被测组分 As、Bi、Fe、Ni、Pb、Sb、Se、Te;
- ρ_1 ——自工作曲线查得的试样溶液的元素浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 ——自工作曲线查得的随同试样空白的元素浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V——测定试样的体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试料质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后二位,如结果小于 0.10%时,则表示至小数点后三位。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得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重复性限(r),以大于重复性限(r)的情况不超过 5%为前提,重复性限(r)按表 4 数据采用线性内插法求得。

表 4 重复性

砷量/%	2.85	3.48	4.08	
r /%	0.15	0.17	0.18	
铋量/%	0.63	0.86	1.38	1.87
r /%	0.04	0.05	0.12	0.15

表 4 (续)

铁量/%	0.061	0.13	0.23	0.30
r/%	0.009	0.01	0.03	0.03
镍量/%	0.23	0.74	1.36	3.62
r/%	0.02	0.04	0.14	0.19
铅量/%	4.33	6.99	10.25	
r/%	0.20	0.22	0.27	
铈量/%	1.32	2.21	4.39	8.06
r/%	0.14	0.15	0.17	0.23
硒量/%	1.03	3.81		
r/%	0.08	0.18		
碲量/%	0.42	1.02	1.39	4.19
r/%	0.04	0.11	0.13	0.20
注：重复性限(r)为 2.8S _r , S _r 为重复性标准差。				

8.2 再现性

在再现性条件下获得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),以大于再现性限(R)的情况不超过 5%为前提,再现性限(R)按表 5 数据采用线性内插法求得。

表 5 再现性

碲量/%	2.85	3.48	4.08	
R/%	0.26	0.30	0.34	
铈量/%	0.63	0.86	1.38	1.87
R/%	0.05	0.05	0.13	0.17
铁量/%	0.061	0.13	0.23	0.30
R/%	0.017	0.02	0.04	0.05
镍量/%	0.23	0.74	1.36	3.62
R/%	0.03	0.08	0.16	0.26
铅量/%	4.33	6.99	10.25	
R/%	0.22	0.25	0.29	
铈量/%	1.32	2.21	4.39	8.06
R/%	0.16	0.21	0.24	0.30
硒量/%	1.03	3.83		
R/%	0.11	0.21		
碲量/%	0.42	1.02	1.39	4.19
R/%	0.06	0.13	0.16	0.22
注：再现性限(R)为 2.8S _R , S _R 为再现性标准差。				

9 质量控制

应用国家级标准样品或行业标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样代替),每周或两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。

附 录 A
(资料性附录)
推荐分析谱线

测定元素推荐分析谱线见表 A. 1。

表 A. 1 谱线表

元素	As	Bi	Fe	Ni	Pb	Sb	Se	Te
谱线/nm	193.7	306.7	259.9	231.6	220.3	206.8	196.0	214.2
能级	{173}	{109}	{129}	{144}	{152}	{162}	{171}	{157}

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铜阳极泥化学分析方法
砷、铋、铁、镍、铅、锑、硒、碲量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 23607—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

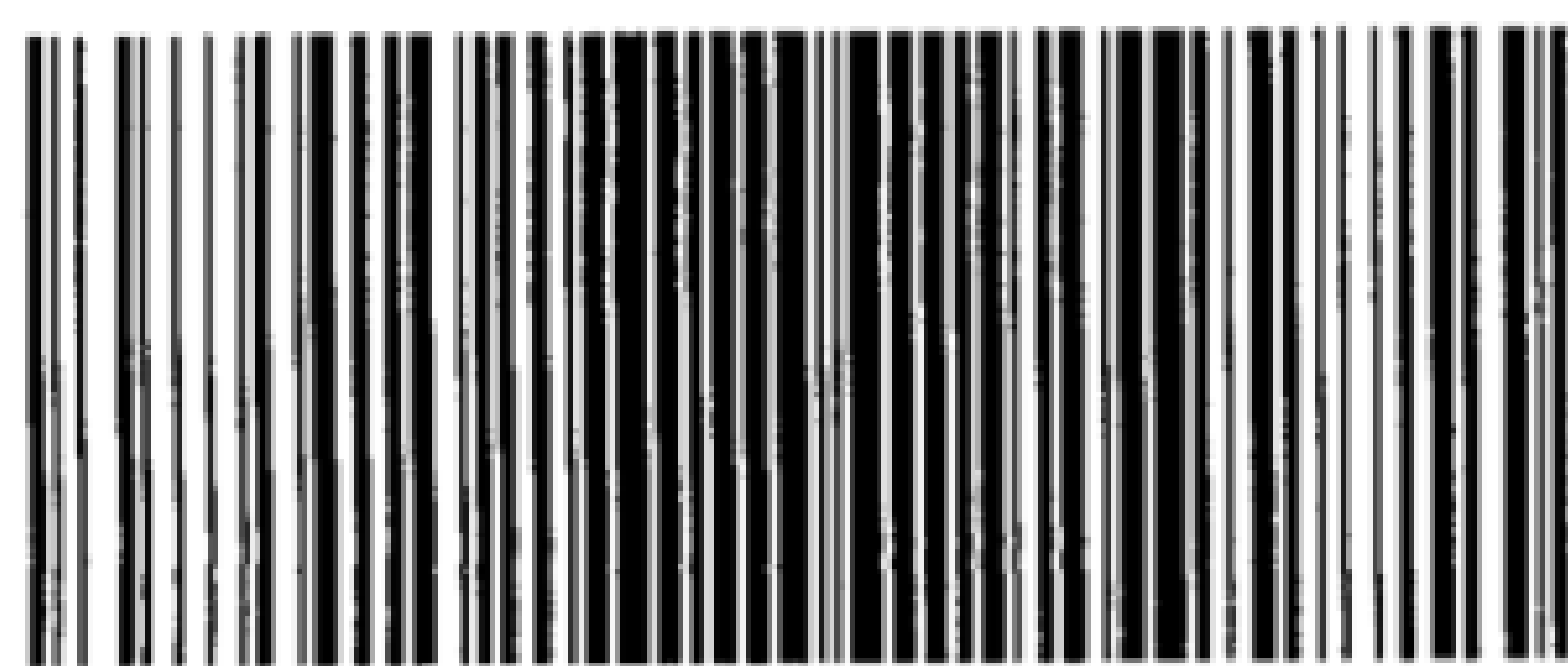
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-37527

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 23607-2009