

### 铅阳极泥化学分析方法 第7部分：砷、铜、硒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of lead anode slime—  
Part 7: Determination of arsenic, copper and selenium content—  
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

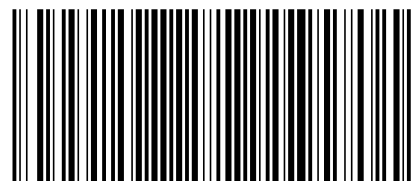
中华人民共和国有色金属  
行业标准  
铅阳极泥化学分析方法  
第7部分：砷、铜、硒量的测定  
电感耦合等离子体原子发射光谱法  
YS/T 775.7—2011

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 www.spc.net.cn  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
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 0.5 字数 7 千字  
2012年7月第一版 2012年7月第一次印刷

\*  
书号: 155066·2-23665 定价 14.00 元

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)68510107



YS/T 775.7-2011

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

表 1 待测元素推荐分析线

元素	As	Cu	Se
推荐波长 $\lambda/\text{nm}$	189.0	324.7	196.0

## 5 试样

- 5.1 试样粒度应不大于 0.090 mm。  
5.2 试样应在 100 °C~105 °C 烘箱中烘干 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 0.20 g 试样,精确至 0.000 1 g。

### 6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 50 mL 烧杯中,盖上表面皿,加入 10 mL 酒石酸溶液(3.6),摇匀,再加入 10 mL 硝酸(3.2)低温加热溶解完全,取下冷却,移入 200 mL 容量瓶中,摇匀,待测定。

6.4.2 按仪器工作条件,调整仪器,按表 1 选定波长,以水调零,与系列标准溶液同时测定试液中各待测元素的光谱强度,从工作曲线上查出相应各待测元素的质量浓度。

### 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 标准溶液(3.7~3.9)于 6 个 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 按仪器工作条件,调整仪器,按表 1 选定波长从低到高测定标准溶液中各元素的光谱强度。

查看电感耦合等离子体发射光谱仪自动绘制标准溶液曲线,若工作曲线线性相关系数小于 0.999 时,则进行重复测定。

### 6.6 分析结果的计算

按式(1)计算砷、铜、硒的质量分数,数值以%表示:

$$w_x = \frac{(\rho_x - \rho_0) \times V \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $\rho_x$  —— 试液中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );  
 $\rho_0$  —— 空白溶液中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );  
 $V$  —— 试液的总体积,单位为毫升(mL);  
 $m_0$  —— 试料的质量,单位为克(g)。

## 前 言

YS/T 775—2011《铅阳极泥化学分析方法》分为 7 个部分:

- 第 1 部分:铅量的测定 Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法;
- 第 2 部分:铋量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法;
- 第 3 部分:砷量的测定 溴酸钾滴定法;
- 第 4 部分:锑量的测定 火焰原子吸收光谱法和硫酸铈滴定法;
- 第 5 部分:金量和银量的测定 火试金重量法;
- 第 6 部分:铜量的测定 碘量法;
- 第 7 部分:砷、铜和硒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 7 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位:陕西东岭冶炼有限公司。

本部分起草单位:北京有色金属研究总院。

本部分参加起草单位:株洲冶炼集团股份有限公司、陕西东岭冶炼有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人:李爱嫦、刘英、高燕、刘红、郑丽霞、郭军、杨艳、闫惠、李雪、李琴美、赵晓配、樊占芳、冯先进。

## 铅阳极泥化学分析方法

### 第 7 部分：砷、铜、硒量的测定

#### 电感耦合等离子体原子发射光谱法

#### 1 范围

YS/T 775 的本部分规定了铅阳极泥中砷、铜、硒含量的测定方法。

本部分适用于铅阳极泥中砷、铜、硒含量的测定。测定范围：砷：0.10%~2.00%、铜：1.00%~5.00%、硒：0.10%~4.00%。

#### 2 方法提要

试料在酒石酸存在下用硝酸溶解。在推荐波长和仪器工作条件下利用电感耦合等离子体发射光谱法直接测定砷、铜、硒含量。

#### 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( $\rho=1.19$  g/mL)。

3.2 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 盐酸(5+95)。

3.6 酒石酸溶液(200 g/L)。

3.7 铜标准溶液：称取 1.000 0 g 金属铜( $w_{Cu} \geq 99.99\%$ )，置于 300 mL 烧杯中，加 20 mL 硝酸(3.2)，低温溶解，加热除去氮的氧化物，取下冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，加入 50 mL 硝酸(3.4)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

3.8 砷标准溶液：称取 1.320 3 g 三氧化二砷( $w_{As_2O_3} \geq 99.99\%$ )，预先在 100 °C~105 °C 烘干 1 h，置于干燥器中，冷却至室温，置于 300 mL 烧杯中，加入 20 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L)中，微热使其完全溶解，用水稀释至 100 mL，加 2 滴酚酞，以硝酸(3.4)中和至中性，并过量 40 mL，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 砷。

3.9 硒标准溶液：称取 1.000 0 g 硒( $w_{Se} \geq 99.99\%$ )于 100 mL 烧杯中，加入 30 mL 硝酸(3.4)，在水浴上加热溶解，分解完全后移入 1 000 mL 容量瓶中，加入 50 mL 硝酸(3.4)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 硒。

3.10 氩气( $w_{Ar} \geq 99.995\%$ )。

#### 4 仪器

4.1 电感耦合等离子体发射光谱仪。

4.2 光谱线：表 1 中列出推荐分析线。