



中华人民共和国国家标准

GB/T 3884.18—2014

GB/T 3884.18—2014

铜精矿化学分析方法 第 18 部分：砷、锑、铋、铅、锌、 镍、镉、钴、氧化镁、氧化钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of copper concentrates—
Part 18: Determination of arsenic, antimony, bismuth, lead, zinc, nickel,
cadmium, cobalt, magnesium oxide, calcium oxide contents—
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

中华人民共和国
国家标准
铜精矿化学分析方法
第 18 部分：砷、锑、铋、铅、锌、
镍、镉、钴、氧化镁、氧化钙量的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法
GB/T 3884.18—2014

*
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(100029)
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 0.75 字数 13 千字
2014 年 12 月第一版 2014 年 12 月第一次印刷

*
书号: 155066·1-50536 定价 16.00 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



GB/T 3884.18—2014

2014-12-05 发布

2015-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

表 5 (续)

$w_{Co}/\%$	0.010	0.036	0.14	0.45	1.00	—
$r/\%$	0.002	0.003	0.02	0.04	0.10	—
$w_{MgO}/\%$	0.056	0.56	1.06	3.65	4.55	6.42
$r/\%$	0.009	0.06	0.12	0.18	0.20	0.25
$w_{CaO}/\%$	0.22	0.58	1.14	2.97	5.87	—
$r/\%$	0.04	0.05	0.18	0.26	0.46	—

8.2 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 6 再现性限

$w_{As}/\%$	0.01	0.053	0.22	1.17	4.40	—
$R/\%$	0.004	0.007	0.04	0.11	0.36	—
$w_{Sb}/\%$	0.016	0.048	0.15	0.62	—	—
$R/\%$	0.008	0.012	0.06	0.11	—	—
$w_{Bi}/\%$	0.006	0.039	0.25	0.86	—	—
$R/\%$	0.005	0.012	0.05	0.08	—	—
$w_{Pb}/\%$	0.052	0.28	1.26	2.63	5.72	—
$R/\%$	0.027	0.06	0.12	0.26	0.32	—
$w_{Zn}/\%$	0.016	0.090	0.89	1.80	4.47	—
$R/\%$	0.009	0.017	0.13	0.21	0.44	—
$w_{Ni}/\%$	0.011	0.092	0.47	0.73	—	—
$R/\%$	0.007	0.017	0.06	0.09	—	—
$w_{Cd}/\%$	0.003	0.012	0.064	0.11	0.41	—
$R/\%$	0.002	0.004	0.005	0.02	0.05	—
$w_{Co}/\%$	0.010	0.036	0.14	0.45	1.00	—
$R/\%$	0.002	0.009	0.03	0.05	0.12	—
$w_{MgO}/\%$	0.056	0.56	1.06	3.65	4.55	6.42
$R/\%$	0.012	0.07	0.15	0.20	0.25	0.28
$w_{CaO}/\%$	0.22	0.58	1.14	2.97	5.87	—
$R/\%$	0.05	0.09	0.26	0.46	0.54	—

前 言

GB/T 3884《铜精矿化学分析方法》分为18个部分:

- 第1部分:铜量的测定 碘量法;
- 第2部分:金和银量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法;
- 第3部分:硫量的测定 重量法和燃烧-滴定法;
- 第4部分:氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第5部分:氟量的测定 离子选择电极法;
- 第6部分:铅、锌、镉和镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第7部分:铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法;
- 第8部分:锌量的测定 Na_2EDTA 滴定法;
- 第9部分:砷和铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、溴酸钾滴定法和二乙基二硫代甲酸银分光光度法;
- 第10部分:铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第11部分:汞量的测定 冷原子吸收光谱法;
- 第12部分:氟和氯量的测定 离子色谱法;
- 第13部分:铜量的测定 电解法;
- 第14部分:金和银量的测定 火试金重量法和原子吸收光谱法;
- 第15部分:铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第16部分:二氧化硅量的测定 氟硅酸钾滴定法和重量法;
- 第17部分:三氧化二铝量的测定 铬天青S胶束增溶光度法和沉淀分离-氟盐置换- Na_2EDTA 滴定法;
- 第18部分:砷、铈、铋、铅、锌、镍、镉、氧化镁、氧化钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为GB/T 3884的第18部分。

本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。

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:大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位:北京矿冶研究总院、江西铜业股份有限公司、阳谷祥光铜业有限公司、白银有色集团股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、中条山有色金属集团有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分主要起草人:姜求韬、易爱虹、张永中、阮桂色、冯先进、高颖剑、沈广鑫、郭惠、张羽、戚月花、陈化玲、谢柏华、马丽君、李亚楠、何梅、施小英、王冬珍、蒋国芬、冯黎、赵晓佩。

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 样品分解

按表 3 称取试料(6.1)置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.3),低温加热 5 min,加入 5 mL 盐酸(3.1)、5 mL 氢氟酸(3.6)、2 mL 高氯酸(3.7),加热至试样分解完全,冒高氯酸烟至体积约 1 mL,取下冷却至室温,加入 20 mL 硝酸(3.4)加热溶解盐类,取下冷却,将试液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.5 试液分取

按表 3 分取试液,补加 16 mL 硝酸(3.4),用水稀释至刻度,混匀。

6.6 工作曲线溶液的配制

6.6.1 砷、锑、铋工作曲线的配制:分别移取 0.00 mL、0.50 mL、5.00 mL、25.00 mL、50.00 mL 混合标准溶液(3.19)于一系列 250 mL 容量瓶中,加入 25 mL 硝酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。此标准系列溶液砷、锑、铋含量见表 4。

6.6.2 铅、锌、镍、镉、钴、氧化镁、氧化钙工作曲线的配制:分别移取 0.00 mL、0.50 mL、5.00 mL、25.00 mL、50.00 mL 混合标准溶液(3.20)于一系列 250 mL 容量瓶中,加入 25 mL 硝酸(3.3),用水稀释至刻度,混匀。此标准系列溶液中铅、锌、镍、镉、钴、氧化镁、氧化钙含量见表 4。

表 4 标准溶液系列

元素或氧化物	标准溶液 1 μg/mL	标准溶液 2 μg/mL	标准溶液 3 μg/mL	标准溶液 4 μg/mL	标准溶液 5 μg/mL
As	0.00	0.20	2.00	10.00	20.00
Sb	0.00	0.20	2.00	10.00	20.00
Bi	0.00	0.20	2.00	10.00	20.00
Pb	0.00	0.40	4.00	20.00	40.00
Zn	0.00	0.40	4.00	20.00	40.00
Ni	0.00	0.20	2.00	10.00	20.00
Cd	0.00	0.10	1.00	5.00	10.00
Co	0.00	0.20	2.00	10.00	20.00
MgO	0.00	0.40	4.00	20.00	40.00
CaO	0.00	0.40	4.00	20.00	40.00

6.7 测定

用电感耦合等离子体原子发射光谱仪,在各元素选定的波长处,测量各元素工作曲线(6.6)的光谱

铜精矿化学分析方法

第 18 部分:砷、锑、铋、铅、锌、镍、镉、钴、氧化镁、氧化钙量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 3884 的本部分规定了铜精矿中砷、锑、铋、铅、锌、镍、镉、钴、氧化镁、氧化钙量的测定方法。

本部分适用于铜精矿中砷、锑、铋、铅、锌、镍、镉、钴、氧化镁、氧化钙量的同时测定,也适用于其中一种元素或氧化物的独立测定。其测定范围见表 1。

表 1 测定范围

元素或氧化物	质量分数/%
As	0.01~4.50
Sb	0.01~0.70
Bi	0.01~0.80
Pb	0.10~6.00
Zn	0.02~4.50
Ni	0.01~0.70
Cd	0.003~0.40
Co	0.01~1.00
MgO	0.05~6.00
CaO	0.20~6.00

2 方法提要

试料用硝酸、盐酸、氢氟酸、高氯酸溶解,在稀硝酸介质中,用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定砷、锑、铋、铅、锌、镍、镉、钴、镁、钙的发射强度,按标准曲线法计算被测元素含量。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级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 盐酸(1+1)。
- 3.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。
- 3.4 硝酸(1+1)。
- 3.5 硝酸(1+2)。