

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 461.12—2016

混合铅锌精矿化学分析方法 第 12 部分：铊量的测定 电感耦合等离子体质谱法 和电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of lead and zinc bulk concentrates—

Part 12: Determination of thallium content—

Inductively coupled plasma mass spectrometry and
inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2016-07-11 发布

2017-01-01 实施

前 言

YS/T 461《混合铅锌精矿化学分析方法》共分为 12 个部分：

- 第 1 部分：铅量与锌量的测定 沉淀分离 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：铁量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：硫量的测定 燃烧-中和滴定法；
- 第 4 部分：砷量的测定 碘滴定法；
- 第 5 部分：二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 6 部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：金量与银量的测定 火试金法；
- 第 11 部分：砷、铋、镉、钴、铜、镍、铈量的测定 电感耦合等离子体—原子发射光谱法；
- 第 12 部分：铈量的测定 电感耦合等离子体质谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 461 的第 12 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)提出并归口。

本部分方法 1 主要起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、韶关质量计量监督检测所。

本部分方法 2 主要起草单位：防城港出入境检验检疫局。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、紫金矿业集团股份有限公司、宁波出入境检验检疫局技术中心、昆明冶金研究院。

本部分方法 1 主要起草人：袁齐、张小军、师世龙、朱凌、刘润婷、苏春风、古行乾、唐碧玉、罗文、谢文亮、史红兰、朱晓艳、李超、刘维理。

本部分方法 2 主要起草人：罗明贵、黎香荣、陈智鹏、苏春风、邱丽、王蒋亮、罗文、俞金生、杨建兵、黄祖飞、史红兰、曹国洲。

混合铅锌精矿化学分析方法

第 12 部分:铊量的测定

电感耦合等离子体质谱法 和电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

YS/T 461 的本部分规定了混合铅锌精矿中铊量的测定方法。

本部分适用于混合铅锌精矿中铊量的测定。方法 1 测定范围为 0.000 050%~0.010%;方法 2 测定范围为 0.005 0%~0.10%。本部分范围交叉部分方法 1 为仲裁方法。

2 方法 1 电感耦合等离子体质谱法

2.1 方法提要

试料经盐酸、硝酸、硫酸分解,以¹⁹³Ir 为内标,于电感耦合等离子体质谱仪上测定,用标准曲线法计算试料中的铊量。

2.2 试剂

在分析中仅使用确认为优级纯的试剂,所用水为一级水。

2.2.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

2.2.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

2.2.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

2.2.4 硝酸(1+1)。

2.2.5 硝酸硫酸混合酸(1+1):向 500 mL 硝酸(2.2.2)中边搅拌边加入 500 mL 硫酸(2.2.3),冷却后使用。

2.2.6 铊标准贮存溶液:称取 0.279 5 g 三氧化二铊($w_{Tl_2O_3} > 99.99\%$)置于 200 mL 烧杯中,盖上表皿,缓慢加入 25 mL 硝酸(2.2.4)低温溶解,驱出氮的氧化物,取下冷却至室温,用水洗涤表皿及杯壁,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铊。

2.2.6.1 铊标准溶液 A:将铊标准贮存溶液(2.2.6)稀释至铊浓度为 100 ng/mL,以 2%硝酸为介质。

2.2.6.2 铊标准溶液 B:将铊标准溶液 A 稀释至铊浓度为 10 ng/mL,以 2%硝酸为介质。

2.2.7 内标溶液:10 μ g/L¹⁹³Ir 溶液,以 2%硝酸为介质。

2.2.8 氩气: $w_{Ar} \geq 99.996\%$ 。

2.3 仪器

电感耦合等离子体质谱仪:分辨率 0.1 amu~1 amu;²⁰⁵Tl 同位素的响应值 $>10^5$ 。

2.4 试样

2.4.1 试样应通过 0.074 mm 孔筛。