

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 775.7—2011

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

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

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 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 3 部分：砷量的测定 溴酸钾滴定法；
- 第 4 部分：铈量的测定 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

试样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($w_{\text{Cu}}\geq 99.99\%$)，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($w_{\text{As}_2\text{O}_3}\geq 99.99\%$)，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($w_{\text{Se}}\geq 99.99\%$)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($w_{\text{Ar}}\geq 99.995\%$)。

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。