

ICS 77.040.30

H 17

中华人民共和国国家质量监督
检验检疫总局备案号：52105-2016

DB53

云南省地方标准

DB53/T 796—2016

富锡渣中铟含量的测定 原子吸收光谱法

2016 - 09 - 10 发布

2016 - 12 - 01 实施

云南省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由昆明西科工贸有限公司提出。

本标准由云南省检验检测标准化技术委员会(YNTC17)归口。

本标准负责起草单位：昆明西科工贸有限公司。

本标准参加起草单位：昆明冶金研究院、云南省有色地质局测试中心、贵研资源（易门）有限公司。

本标准主要起草人：孔凡丽、毛云娟、李艳萍、曹远栋、胡花苗、杨欣、李云涛、谭敏、史谊峰、华宏全、刘大方、占焕武、魏涛、李蓉、程婧娴、刘珺、田建平、林波、马王蕊。

富锡渣中铟含量的测定

原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了富锡渣中铟含量的测定方法。

本标准适用于富渣中铟含量的测定。测定范围：2000.0 g/t~20000.0 g/t。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

富锡渣

富锡渣是指粗铅氧化精炼除锡过程中产生的渣。

4 方法提要

试料用硼砂-硼酸-锌粉混合试剂熔解，盐酸浸取，盐酸与氢溴酸混合酸冒烟驱除锡、锑。于稀硝酸介质中，用原子吸收光谱法测定铟的质量分数。

5 试剂与材料

警示——氢溴酸属剧毒化学试剂，应在通风橱中操作。

除非另有说明，分析中所使用的试剂应符合 GB/T 603 中分析纯的规定，试验用水应符合 GB/T 6682 中二级水的规定。

5.1 氯化钠。

5.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

5.3 盐酸(1+1)。

5.4 硝酸(1+1)。

5.5 盐酸与氢溴酸混合酸(1+1)，用时现配。

5.6 硼砂-硼酸-锌粉混合试剂: 将 20 g 无水硼砂、10 g 硼酸研磨至粒度不大于 0.149 mm, 加入 90 g 锌粉混匀, 烘干后备用。

5.7 钢标准贮存溶液: 称取 1.0000 g 金属钢(质量分数不小于 99.99%), 置于 300 mL 高型烧杯中, 加入 50 mL 硝酸(5.4), 盖上表面皿, 加热至完全溶解, 煮沸约 2min 除去氮氧化物。取下, 冷却, 用水吹洗表面皿和杯壁, 转入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 1000 μg 钢。。

5.8 钢标准溶液: 移取 10.00 mL 钢标准贮存溶液(5.7)于 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 硝酸(5.2), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钢。

5.9 瓷坩埚: 容积 30 mL。

6 仪器与设备

6.1 原子吸收光谱仪: 配备钢空心阴极灯。

6.2 分析天平: 感量 0.1 mg。

7 试样

试样应制备均匀, 粒度不大于 0.074 mm, 于烘箱中 100 °C ± 5 °C 烘 2 h, 置于干燥器中冷却后备用。

8 分析步骤

8.1 试料

按表 1 称取试样, 精确至 0.0001 g。

表1 试样量

钢质量分数/(g/t)	试样量/g
2000.0~8000.0	0.15~0.20
> 8000.0~20000.0	0.10~0.12

8.2 测定次数

独立地进行两次测定, 取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 试料溶液的制备

8.4.1 称取试料(8.1)于底部均匀铺约 3 g 硼砂-硼酸-锌粉混合试剂(5.6)的瓷坩埚中, 搅拌均匀, 再加入约 2 g 氯化钠(5.1)覆盖于表面, 于 700 °C ± 10 °C 马弗炉中恒温熔解 30 min。取出, 冷却, 置于盛有 50 mL 盐酸(5.3)的 300 mL 烧杯中, 盖上表面皿, 待反应缓慢后, 用盐酸(5.3)洗净瓷坩埚及表面皿, 溶液于电热板上低温蒸发至约 40 mL。取下, 冷却, 转入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

8.4.2 移取 10.00 mL 试液 (8.4.1) 于 250 mL 烧杯中, 盖上表面皿, 低温加热至近干。取下, 稍冷, 加入 5 mL 盐酸与氢溴酸混合酸 (5.5), 盖上表面皿, 低温加热至近干, 重复 3~4 次。取下, 稍冷, 加入 8 mL 硝酸 (5.2), 盖上表面皿, 低温加热至近干。取下, 冷却, 加入 2.5 mL 硝酸 (5.2), 用水吹洗表皿和烧杯壁, 盖上表面皿, 加热至盐类溶解。取下, 冷却, 用水吹洗表皿和烧杯壁, 转入 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

8.5 标准工作溶液的制备

分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钢标准溶液 (5.8) 于 100 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 硝酸 (5.2), 用水稀释至刻度, 混匀。得到 0.00 μg/mL、1.00 μg/mL、2.00 μg/mL、3.00 μg/mL、4.00 μg/mL、5.00 μg/mL 标准工作溶液。

8.6 测定

8.6.1 仪器工作条件

推荐的仪器工作条件见表 2。

表2 仪器工作条件

波长 /nm	乙炔气流量 /(L/min)	空气流量 /(L/min)	狭缝 /nm	灯电流 /mA	燃烧器高度 /mm	积分时间 /s
303.9	1.5	5.5	0.2	5.0	5.0	3

8.6.2 工作曲线的绘制

于原子吸收光谱仪上, 待仪器运行稳定后, 在选定的工作条件下, 测量标准工作溶液 (8.5) 的吸光度。以钢的质量浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线, 工作曲线相关系数不小于 0.9990。

8.6.3 试料溶液的测定

于测量标准工作溶液相同条件下, 测定试料溶液及随同试料空白的吸光度, 从工作曲线上查得钢的质量浓度。

9 结果计算

按公式 (1) 计算钢的质量分数。

$$\omega = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \cdot V_1}{m_0 \cdot V_2} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

ω ——试样中钢的质量分数, 单位为克每吨 (g/t);

ρ_1 ——自工作曲线上查得试液中钢的质量浓度, 单位为微克每毫升 (μg/mL);

ρ_0 ——自工作曲线上查得空白溶液中钢的质量浓度, 单位为微克每毫升 (μg/mL);

V ——试液总体积, 单位为毫升 (mL);

V_1 ——测定溶液体积, 单位为毫升 (mL);

V_2 ——分取试液体积, 单位为毫升 (mL);

m_0 ——试料的质量, 单位为克 (g)。

所得结果应保留至小数点后一位, 数值修约按 GB/T 8170 执行。

10 精密度

10.1 重复性限

在重复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重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）的情况应不超过5%。重复性限（ r ）按表3数据采用线性内插法求得。

表3 重复性限

钢的质量分数/(g/t)	重复性限 (r) /(g/t)
2000.0	58.6
4849.7	75.0
6522.9	132.4
11437.9	315.8
14527.8	346.9
20000.0	412.7

10.2 相对允许差

两个实验室之间分析结果的差值应不大于表4所列允许差。

表4 允许差

钢的质量分数/(g/t)	允许差/(g/t)
2000.0~4000.0	100.0
> 4000.0~6000.0	120.0
> 6000.0~8000.0	150.0
> 8000.0~10000.0	200.0
> 10000.0~15000.0	350.0
> 15000.0~20000.0	450.0

11 试验报告

- 试样；
- 使用的标准；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。