

ICS 77.120.01

CCS H 13

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 745.11-202X

铜阳极泥化学分析方法
第11部分：铟含量的测定
火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of copper anode slime—

Part 11: Determination of indium content—

Flame atomic absorption spectrometry

(报批稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件为 YS/T 745《铜阳极泥化学分析方法》的第11部分。YS/T 745已经发布了以下部分：

- 第1部分：铜量的测定 碘量法；
- 第2部分：金量和银量的测定 火试金重量法；
- 第3部分：铂量和钯量的测定 火试金富集-电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第4部分：硒量的测定 碘量法；
- 第5部分：碲量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第6部分：铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第7部分：铋量的测定 火焰原子吸收光谱法和 Na_2EDTA 滴定法；
- 第8部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第9部分：铈量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第10部分：铈和铈含量的测定 镍铈试金-电感耦合等离子体质谱法；
- 第11部分：铟含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：紫金矿业集团股份有限公司、紫金铜业有限公司、北矿检测技术有限公司、云南华联锌铟股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、白银有色集团股份有限公司、广东先导稀材股份有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、长春黄金研究院有限公司、广西中检检测技术服务有限公司、山西北方铜业有限公司、吉林紫金铜业有限公司、阳谷祥光铜业有限公司。

本文件主要起草人：夏珍珠、伍宝英、罗荣根、林英玲、陈祝海、赖秋祥、王洋、袁水平、罗小兵、苏春风、罗海霞、李文有、颜忠国、胡瑞芬、孙海峰、陈雄飞、徐思婷、陈小兰、王栋、潘涛、廖桂平、王凯凯、朱薇、洪博、周花珑、柴宋涛、于鲲、李长忠。

引言

铜阳极泥是铜冶炼生产过程中产生的主要副产物，其中富集多种贵金属、重金属和一些稀散金属。目前铜阳极泥中的金、银、铂、钯等贵金属和砷、铅等重金属已制定相应的行业标准方法，但是铜阳极泥中铟这一稀散金属含量测定尚未有相应的标准方法。因此，建立铜阳极泥中铟含量测定的标准方法不仅能够科学、准确地测定铜阳极泥中铟的含量，为综合回收利用稀散金属提供数据支撑，同时也完善了铜阳极泥中多金属含量测定的标准体系，对社会经济效益和环境效益协调发展具有重要意义。YS/T 745.11《铜阳极泥化学分析方法 第11部分：铟含量的测定 火焰原子吸收光谱法》的制定确立了铜阳极泥中铟的含量测定，对于提高铜阳极泥中铟的富集和综合回收利用具有指导作用。

铜阳极泥化学分析方法

第 11 部分：铜含量的测定

火焰原子吸收光谱法

警示—使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了铜阳极泥中铜含量的测定方法。
本文件适用于铜阳极泥中铜含量的测定。测定范围：0.0020 %~0.0300 %。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料经盐酸和硝酸溶解，在混合酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 303.9 nm 处，测量铜的吸光度，按工作曲线法计算铜含量。

5 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯及以上纯度试剂和符合 GB/T 6682 规定的二级及以上纯度的水。

5.1 盐酸（ $\rho=1.19$ g/mL）。

5.2 硝酸（ $\rho=1.42$ g/mL）。

5.3 盐酸（1+1）。

5.4 硝酸（1+1）。

5.5 盐酸（1+4）。

5.6 混合酸：4体积水、3体积盐酸（5.1）和1体积硝酸（5.2）混合，现配现用。

5.7 溴（ $\rho=3.119$ g/mL）。

5.8 饱和氟化氢铵溶液。

5.9 铜标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属铜（ $w_{\text{in}} \geq 99.99$ %）于 300 mL 烧杯中，加入 15 mL 盐酸（5.5），低温加热至溶解完全，冷却，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

5.10 铜标准溶液 A：移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液（5.9），置于 100 mL 容量瓶中，加入 20 mL 混合酸（5.6），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铜。

5.11 铜标准溶液 B：移取 10.00 mL 铜标准溶液 A（5.10），置于 100 mL 容量瓶中，加入 20 mL 混合酸（5.6），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 铜。

6 仪器设备

原子吸收光谱仪，附钢空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

- 特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，钢的特征质量浓度应不大于 0.24 $\mu\text{g/mL}$ ；
- 精密密度：用最高浓度标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%；用最低浓度的标准溶液（不是“零”浓度标准溶液）测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%；
- 工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分为五段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于 0.80。

7 样品

7.1 样品粒度应不大于 0.098 mm。

7.2 样品应在 100 $^{\circ}\text{C}$ ~105 $^{\circ}\text{C}$ 干燥箱中烘 2 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.30 g 样品，精确至 0.000 1 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料（8.1）置于 150 mL 烧杯中，加少量水润湿，加入 10 mL 盐酸（5.1），低温加热溶解 3 min~5 min（加入盐酸后若样品中硅含量较高导致样品存在粘底现象，需用滴管加入 4 滴~5 滴饱和氟化氢铵溶液（5.8）），取下稍冷，加入 5 mL 硝酸（5.2），继续低温加热蒸至 1 mL~2 mL（加入硝酸后若溶液表面有黑色漂浮物，需加入 1 mL~2 mL 溴（5.7），盖上表面皿，然后低温加热至黑色漂浮物完全反应）。将烧杯取下稍冷，用少量水冲洗杯壁，加入 10 mL 混合酸（5.6）加热至盐类溶解，取下冷却。移入 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，静置澄清，待测。

8.4.2 在原子吸收光谱仪上，于波长 303.9 nm 处，使用空气-乙炔火焰，以水调零，测定试液（8.4.1）及随同试料空白溶液的吸光度。从工作曲线上查出相应的钢的质量浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 分别移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 钢标准溶液 B（5.11）置于一组 100 mL 容量瓶中，各加入 20 mL 混合酸（5.6），用水稀释至刻度，混匀。

8.5.2 使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 303.9 nm 处，以水调零。在与试液测定（8.4.2）相同条件下，测量系列标准溶液的吸光度，减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度，以钢的质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据处理

钢含量以钢的质量分数 w_{In} 计，数值以%表示，按公式（1）计算：

$$w_{\text{In}} = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \cdot 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ ——自工作曲线上查得的测定试液中钢的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

ρ_0 ——自工作曲线上查得的空白溶液中钢的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

V ——试液总体积，单位为毫升（ mL ）；

m ——试料的质量，单位为克（ g ）。

计算结果保留至小数点后四位。

10 精密度

10.1 重复性

精密度数据是在 2021 年由 16 家实验室对 5 个钢含量不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的钢含量在重复性条件下独立测定 7 次。测量的原始数据见附录 A。

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在表 1 给出的平均值范围内，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 ）的情况不超过 5%，重复性限（ r ）按表 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 重复性限

$w_{\text{In}}/\%$	0.0034	0.0084	0.0136	0.0199	0.0256
$r/\%$	0.0004	0.0006	0.0008	0.0013	0.0014

10.2 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 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

$w_{\text{In}}/\%$	0.0034	0.0084	0.0136	0.0199	0.0256
$R/\%$	0.0008	0.0011	0.0013	0.0019	0.0024

11 试验报告

试验报告应至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——本文件编号；

——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。

附录 A

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据是在 2021 年由 16 家实验室对钢含量 5 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的钢含量在重复性条件下独立测定 7 次。测量的原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据

实验室	水平数	$w_{In}/\%$						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1	0.0033	0.0034	0.0032	0.0034	0.0034	0.0035	0.0032
	2	0.0085	0.0087	0.0083	0.0082	0.0085	0.0085	0.0085
	3	0.0130	0.0132	0.0135	0.0132	0.0133	0.0134	0.0138
	4	0.0196	0.0200	0.0201	0.0202	0.0191	0.0194	0.0193
	5	0.0245	0.0245	0.0250	0.0249	0.0250	0.0254	0.0252
2	1	0.0034	0.0033	0.0031	0.0032	0.0031	0.0033	0.0033
	2	0.0083	0.0083	0.0084	0.0087	0.0083	0.0085	0.0085
	3	0.0134	0.0130	0.0133	0.0139	0.0134	0.0137	0.0137
	4	0.0197	0.0198	0.0207	0.0204	0.0195	0.0202	0.0198
	5	0.0263	0.0255	0.0265	0.0258	0.0256	0.0260	0.0254
3	1	0.0035	0.0037	0.0039	0.0034	0.0036	0.0037	0.0036
	2	0.0083	0.0084	0.0088	0.0088	0.0090	0.0090	0.0091
	3	0.0146	0.0143	0.0137	0.0136	0.0136	0.0134	0.0140
	4	0.0203	0.0199	0.0194	0.0198	0.0198	0.0204	0.0193
	5	0.0266	0.0251	0.0262	0.0258	0.0259	0.0258	0.0249
4	1	0.0033	0.0031	0.0035	0.0032	0.0033	0.0034	0.0034
	2	0.0079	0.0082	0.0080	0.0082	0.0085	0.0083	0.0078
	3	0.0131	0.0138	0.0137	0.0139	0.0137	0.0132	0.0134
	4	0.0199	0.0187	0.0196	0.0195	0.0197	0.0187	0.0199
	5	0.0254	0.0250	0.0242	0.0253	0.0248	0.0244	0.0243
5	1	0.0029	0.0028	0.0028	0.0029	0.0029	0.0028	0.0027
	2	0.0081	0.0081	0.0081	0.0082	0.0082	0.0081	0.0082
	3	0.0132	0.0134	0.0132	0.0134	0.0134	0.0134	0.0135
	4	0.0197	0.0198	0.0196	0.0197	0.0193	0.0196	0.0197
	5	0.0255	0.0248	0.0259	0.0257	0.0253	0.0250	0.0249
6	1	0.0034	0.0039	0.0035	0.0036	0.0032	0.0036	0.0035
	2	0.0088	0.0085	0.0088	0.0088	0.0086	0.0090	0.0090
	3	0.0140	0.0142	0.0140	0.0131	0.0141	0.0140	0.0136
	4	0.0209	0.0197	0.0207	0.0212	0.0209	0.0207	0.0218
	5	0.0269	0.0260	0.0268	0.0271	0.0264	0.0268	0.0260

表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	水平数	$w_{In}/\%$						
		1	2	3	4	5	6	7
7	1	0.0037	0.0034	0.0031	0.0032	0.0034	0.0033	0.0031
	2	0.0085	0.0080	0.0085	0.0082	0.0081	0.0081	0.0082
	3	0.0131	0.0125	0.0127	0.0131	0.0125	0.0128	0.0133
	4	0.0192	0.0187	0.0186	0.0188	0.0185	0.0193	0.0191
	5	0.0239	0.0237	0.0237	0.0245	0.0238	0.0240	0.0244
8	1	0.0033	0.0033	0.0032	0.0032	0.0034	0.0035	0.0030
	2	0.0081	0.0081	0.0084	0.0084	0.0085	0.0088	0.0088
	3	0.0138	0.0136	0.0134	0.0137	0.0135	0.0133	0.0136
	4	0.0196	0.0200	0.0208	0.0197	0.0200	0.0198	0.0194
	5	0.0254	0.0263	0.0257	0.0262	0.0257	0.0253	0.0266
9	1	-	-	-	-	-	-	-
	2	0.0098**	0.0099**	0.0097**	0.0101**	0.0101**	0.0102**	0.0104**
	3	0.0142	0.0141	0.0140	0.0139	0.0143	0.0140	0.0144
	4	0.0207	0.0209	0.0212	0.0202	0.0203	0.0205	0.0209
	5	0.0258	0.0258	0.0258	0.0274	0.0261	0.0266	0.0273
10	1	-	-	-	-	-	-	-
	2	0.0073 *	0.0075 *	0.0076 *	0.0076*	0.0075 *	0.0077 *	0.0075*
	3	0.0136	0.0133	0.0128	0.0134	0.0129	0.0127	0.0137
	4	0.0207	0.0210	0.0202	0.0199	0.0209	0.0206	0.0208
	5	0.0259	0.0263	0.0267	0.0262	0.0266	0.0257	0.0262
11	1	0.0034	0.0035	0.0032	0.0033	0.0034	0.0031	0.0034
	2	0.0088	0.0087	0.0085	0.0086	0.0083	0.0085	0.0085
	3	0.0136	0.0132	0.0136	0.0137	0.0138	0.0138	0.0137
	4	0.0196	0.0203	0.0188	0.0206	0.0201	0.0209	0.0193
	5	0.0244 *	0.0266 *	0.0254 *	0.0264*	0.0264 *	0.0248 *	0.0256*
12	1	0.0032	0.0032	0.0033	0.0033	0.0034	0.0034	0.0033
	2	0.0084	0.0084	0.0082	0.0085	0.0084	0.0085	0.0083
	3	0.0130	0.0134	0.0131	0.0134	0.0132	0.0136	0.0131
	4	0.0199	0.0199	0.0195	0.0199	0.0196	0.0198	0.0197
	5	0.0259	0.0256	0.0257	0.0255	0.0255	0.0254	0.0254
13	1	0.0035	0.0038	0.0035	0.0037	0.0038	0.0037	0.0036
	2	0.0085	0.0090	0.0089	0.0086	0.0087	0.0088	0.0085
	3	0.0134	0.0138	0.0138	0.0135	0.0132	0.0132	0.0132
	4	0.0198	0.0202	0.0204	0.0190	0.0197	0.0195	0.0194
	5	0.0256	0.0258	0.0251	0.0253	0.0260	0.0256	0.0262

表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	水平数	$w_{In}/\%$						
		1	2	3	4	5	6	7
14	1	0.0037	0.0033	0.0038	0.0038	0.0039	0.0034	0.0035
	2	0.0078	0.0084	0.0081	0.0076	0.0084	0.0085	0.0077
	3	0.0136	0.0130	0.0133	0.0126	0.0136	0.0133	0.0137
	4	0.0194	0.0190	0.0193	0.0208	0.0197	0.0199	0.0194
	5	0.0245	0.0250	0.0254	0.0241	0.0244	0.0250	0.0256
15	1	0.0039	0.0038	0.0036	0.0038	0.0039	0.0039	0.0039
	2	0.0087	0.0087	0.0090	0.0089	0.0090	0.0085	0.0088
	3	0.0145	0.0140	0.0142	0.0144	0.0144	0.0147	0.0145
	4	0.0206	0.0202	0.0204	0.0209	0.0201	0.0207	0.0210
	5	0.0272	0.0268	0.0265	0.0262	0.0263	0.0265	0.0261
16	1	0.0032	0.0030	0.0033	0.0031	0.0031	0.0033	0.0031
	2	0.0082	0.0087	0.0084	0.0087	0.0084	0.0086	0.0085
	3	0.0138	0.0136	0.0134	0.0140	0.0132	0.0134	0.0136
	4	0.0195	0.0202	0.0193	0.0195	0.0199	0.0200	0.0196
	5	0.0257	0.0270	0.0261	0.0267	0.0262	0.0265	0.0264

注：(*) 为歧离值；(**) 为离群值。