

铜渣尾矿化学分析方法 铜含量的测定 原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of copper slag tailings—Determination of copper content—Atomic absorption spectrometry

地方标准信息服务平台

2017 - 06 - 30 发布

2017 - 07 - 30 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由铜陵有色金属集团股份有限公司稀贵金属分公司提出。

本标准由安徽省有色金属标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：铜陵有色金属集团股份有限公司稀贵金属分公司、铜陵有色金属集团控股有限公司技术中心、铜陵有色金属集团股份有限公司金冠铜业分公司、金隆铜业有限公司、江西自立环保科技有限公司、铜陵市特种设备监督检验中心。

本标准起草人：梁海卫、龚昌合、朱新生、黄巍巍、赵晓佩、吴凌志、钱庆长、彭康、吴智洋、冯桂英、张永中、杨超、陈燕、吴文霞。

地方标准信息服务平台

铜渣尾矿化学分析方法 铜含量的测定 原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了铜渣尾矿中铜含量的测定方法。

本标准适用于铜渣尾矿中铜含量的测定。测定范围：0.100%~0.800%。

2 方法提要

试样用盐酸-氟化氢铵溶解，在稀盐酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处，测量其吸光度，以工作曲线法求出铜含量。

3 试剂及仪器

3.1 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、去离子水或相当纯度的水。所使用的蒸馏装置应不含铜，去离子水不应与铜管和铜水龙头接触。

3.1.1 盐酸 (ρ 1.19 g/mL)。

3.1.2 硝酸 (ρ 1.42 g/mL)。

3.1.3 高氯酸 (ρ 1.67 g/mL)。

3.1.4 盐酸 (1+1)。

3.1.5 硝酸 (1+1)。

3.1.6 氟化氢铵饱和溶液。

3.1.7 底液：溶解 10 g 铁粉 ($w_{\text{Fe}} \geq 99.99\%$ 、 $w_{\text{Cu}} \leq 0.001\%$) 于 150 mL 盐酸 (3.1.1) 中。溶液冷却至室温，加 10 mL 硝酸 (3.1.2)。加热赶尽氮的氧化物，加 25 mL 高氯酸 (3.1.3)，蒸发冒烟 10 min，冷却，用水稀释至 1000 mL。

3.1.8 铜标准贮备溶液 (1.00 mg/mL)：称取 1.0000 g 高纯铜 ($w_{\text{Cu}} \geq 99.99\%$) 于 250 mL 烧杯中，加入 40 mL 硝酸 (3.1.5)，盖上表面皿，加热溶解完全，冷却，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

3.1.9 铜标准溶液 (100 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：吸取 50.00 mL 铜标准贮备溶液 (3.1.8) 于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

3.2 仪器

3.2.1 原子吸收光谱仪，附铜空心阴极灯。

3.2.2 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，铜的特征浓度应不大于 0.03 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——精密度：用最高浓度的标准溶液测量 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”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成五段，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 0.7。

——仪器工作参数见附录 A（资料性附录）。

4 试样

4.1 试样最大粒度不超过 100 μm。

4.2 试样在 100℃~105℃干燥 2 h，在干燥器中冷却至室温备用。

5 分析步骤

5.1 试料

称取试样 0.10 g，精确至 0.0001 g。

5.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试料（5.1）置于 150 mL 烧杯中，加 10 mL 氟化氢铵饱和溶液（3.1.6），10 mL 盐酸（3.1.1），盖上表面皿，于电热板上低温加热至试样溶解，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度线，摇匀后过滤。

5.4.2 在原子吸收光谱仪上，于波长 324.7 nm 处，用空气-乙炔火焰，以水调零，与系列标准溶液同时测量试料溶液和空白溶液的吸光度。从工作曲线上查得相应铜的质量浓度。

6 工作曲线的绘制

6.1 移取 0 mL、1.0 mL、3.0 mL、5.0 mL、7.0 mL、10.0 mL 铜标准溶液（3.1.9），分别置于一组 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 底液（3.1.7），加入 5 mL 盐酸（3.1.4），用水稀释至刻度，摇匀。此系列标准溶液每毫升含铜 0 μg、1.00 μg、3.00 μg、5.00 μg、7.00 μg、10.00 μg。

6.2 在与试料溶液相同条件下，以水调零，测量标准系列溶液的吸光度，减去“零”浓度标准溶液的吸光度。以铜的质量浓度为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

铜的含量以铜的质量分数 w_{Cu} 计，单位以 % 表示，按公式（1）计算。

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

式中：

- ρ —— 从工作曲线上查得的试料溶液中铜的质量浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；
 ρ_0 —— 从工作曲线上查得的空白溶液中铜的质量浓度，单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$)；
 V —— 试液的体积，单位为毫升 (mL)；
 m —— 试料的质量，单位为克 (g)。

注：计算结果表示至小数点后三位。

8 精密度

8.1 重复性

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

$w_{\text{Cu}} / \%$	0.104	0.270	0.468	0.666	0.811
$r / \%$	0.010	0.018	0.023	0.031	0.034

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2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 再现性限

$w_{\text{Cu}} / \%$	0.104	0.270	0.468	0.666	0.811
$R / \%$	0.016	0.024	0.032	0.038	0.046

9 试验报告

试验报告应包含下列信息：

- a) 试样信息；
- b) 本标准编号；
- c) 实验室名称和地址；
- d) 检验及报告签发日期；
- e) 分析结果及其表述；
- f) 测定中观察到的异常现象。

附录 A
(资料性附录)
仪器工作参数

原子吸收光谱仪工作参数因型号而异，下列参数可供参考，见表A.1。

表A.1

波长 /nm	灯电流 /mA	狭缝宽度 /nm	燃烧器高度 /mm	空气流速 / (L/min)	乙炔流速 / (L/min)
324.7	8	0.7	5	17	2

地方标准信息服务平台