



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 745.3—2010

铜阳极泥化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of copper anode slime—
Part 3: Determination of platinum content and palladium content—
Fire assay collection-inductively coupled plasma atomic
emission spectrometric methods

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

中华人民共和国有色金属
行业标准
铜阳极泥化学分析方法
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

YS/T 745.3—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 10 千字
2011年1月第一版 2011年1月第一次印刷

*

书号：155066·2-21523

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533

前 言

YS/T 745《铜阳极泥化学分析方法》分为 9 个部分：

- 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：锑量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为第 3 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：大冶有色金属有限公司。

本部分起草单位：北京矿冶研究总院。

本部分参加起草单位：大冶有色金属有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、江西铜业股份有限公司、金川集团有限公司、北方铜业股份有限公司、广州有色金属研究院、湖南有色研究院。

本部分主要起草人：王皓莹、陈殿耿、袁玉霞、何梅、余学兵、袁功启、李亚楠、高红波、汪廷龙、杨红生、吕庆成、刘同银、常冀湘、马丽君、戴凤英、林海山、庞文林、黄平。

铜阳极泥化学分析方法

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

1 范围

YS/T 745 本部分规定了铜阳极泥中铂和钯含量的测定方法。

本部分适用于铜阳极泥中铂钯含量的测定。测定范围铂 5.00 g/t~100.00 g/t;钯 10.00 g/t~150.00 g/t。

2 方法提要

试料经火试金富集,形成含有铂钯的合粒。合粒经混合酸溶解后,利用电感耦合等离子体发射光谱仪法测定溶液中的铂和钯量。

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 无水碳酸钠,工业纯。

3.2 氧化铅,不含铂钯,工业纯。

3.3 二氧化硅,工业纯。

3.4 硼砂,工业纯。

3.5 氯化钠,工业纯。

3.6 淀粉。

3.7 硝酸(1+7),不含氯离子。

3.8 冰乙酸(1+3)。

3.9 混合酸:盐酸+硝酸(3+1),(现配现用)。

3.10 铂标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 铂($\geq 99.9\%$)于 100 mL 烧杯中,加入 20 mL 混合酸(3.9),加热溶解后,加入 5 滴 200 g/L 氯化钠溶液,于水浴上蒸至近干,加 20 mL 盐酸溶解,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铂。

3.11 钯标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 钯($\geq 99.9\%$)于 100 mL 烧杯中加入 20 mL 混合酸(3.9),加热溶解后,加入 5 滴 200 g/L 氯化钠溶液,于水浴上蒸至近干,加入 20 mL 盐酸溶解,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钯。

3.12 铂、钯标准混合溶液:分别取上述铂标准贮存溶液(3.10)、钯标准贮存溶液(3.11)各 10.00 mL 于 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 混合酸(3.9),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铂、100 μ g 钯。

4 仪器和设备

4.1 天平:感量 0.1 mg。

4.2 试金炉:最高加热温度不低于 1 350 ℃。

4.3 试金坩埚:材质为耐火粘土,容积为 300 mL 左右。

4.4 灰皿机。

4.5 镁砂灰皿:顶部内径约 35 mm,底部外径约 40 mm,高 30 mm,深约 17 mm。

制法:85 份镁砂与 15 份水泥(质量比)混匀,加入适量的水搅拌均匀,在灰皿机(4.4)上压制成型,阴干两个月后备用。

4.6 瓷坩埚:容积为 30 mL。

4.7 铸铁模。

4.8 电感耦合等离子发射光谱分析仪(ICP-AES)。

5 试样

5.1 试样粒度应不大于 0.098 mm。

5.2 试样应在 100 ℃~105 ℃烘箱中烘干 2 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

6 分析步骤

6.1 试料

称取试样 2.00 g,精确至 0.000 1 g。

6.2 测定次数

独立的进行两次测定,取其平均值。

6.3 火试金富集

6.3.1 配料

称取 20 g 无水碳酸钠(3.1),60 g 氧化铅(3.2),10 g 二氧化硅(3.3),10 g 硼砂(3.4),3.0 g 淀粉(3.6)于试金坩埚中(4.3),加入试料(6.1)搅拌均匀,覆盖 10 mm 厚的氯化钠(3.5)。

6.3.2 熔融

将坩埚置于 900 ℃的试金炉(4.2)中,关闭炉门。在 45 min~60 min 内升温至 1 100 ℃,保温 5 min 后出炉。将坩埚平稳地转动数次,并在铁板上轻轻敲击 2~3 下,小心将熔融物倒入已预热的铸铁模中。冷却后使铅扣与熔渣分离,将铅扣锤成立方体,称重,保持铅扣 25 g~40 g,否则重新调整配料熔融。

6.3.3 灰吹

将铅扣放入已在 900 ℃试金炉中预热 20 min 的灰皿(4.5),关闭炉门 1 min~2 min,待熔铅脱膜后半开炉门,同时控制炉温在 880 ℃进行灰吹,当合粒出现光辉点,灰吹即告结束,把灰皿移至炉门口,放置 1 min。取出冷却后,用镊子取出合粒置于瓷坩埚(4.6)中。

6.4 溶解测定

6.4.1 溶解

加 10 mL 冰乙酸(3.8)于放置合粒的瓷坩埚(4.6)中,加热微沸 10 min,倾出溶液并洗净,烤干。用小锤将合粒锤平成 0.2 mm~0.3 mm 薄片。

将薄片置于瓷坩埚中,加入 15 mL~20 mL 热硝酸(3.7)于电热板上加热,保持近沸,使银溶解。待反应停止后继续加热 5 min~10 min,小心倾出溶液,用蒸馏水洗涤三次,分金溶液和洗涤液置于 50 mL 烧杯中待用。

往瓷坩埚中加入 10 mL 混合酸(3.9),加热保持近沸,溶解硝酸不溶物。至反应停止,瓷坩埚中无固体颗粒后,将溶液转移至含有分金液的 50 mL 烧杯中,并用蒸馏水洗涤二次。加热微沸,冷却后定容于 50 mL 的容量瓶中,静置至溶液澄清。

6.4.2 测定

取静置后的上清液,在电感耦合等离子发射光谱最佳条件下,以水为空白调零,测定铂钯的吸光度,分别从钯铂的工作曲线上查出相应的浓度。

6.4.3 工作曲线的绘制

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铂、钯标准混合溶液(3.12)置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 混合酸(3.9),用水稀至刻度,混匀。按 6.4.2 的仪器条件,以“零”浓度溶液调零,测定铂、钯的发射强度,以浓度为横坐标,发射强度为纵坐标,分别绘制铂、钯工作曲线。

7 分析结果的计算

铂、钯的含量以铂、钯的质量分数 w_{Pt} 、 w_{Pd} 计,数值以 g/t 表示,按公式(1)、(2)分别计算:

$$w_{Pt} = \frac{\rho_{Pt} \cdot V}{m_0} \dots\dots\dots(1)$$

$$w_{Pd} = \frac{\rho_{Pd} \cdot V}{m_0} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

ρ_{Pt} ——从工作曲线上查出的铂的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_{Pd} ——从工作曲线上查出的钯的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——测定试液体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

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)按以下表 1 数据采用线性内插法求得:

表 1 重复性限

$w_{Pt}/(g/t)$	6.80	9.34	19.28	94.93
$r/(g/t)$	1.00	1.50	1.97	9.27
$w_{Pd}/(g/t)$	39.45	50.24	77.94	141.47
$r/\%$	3.98	4.76	6.20	14.05

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大于再现性限(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求得:

表 2 再现性限

$w_{Pt}/(g/t)$	6.80	9.34	19.28	94.93
$R/(g/t)$	2.14	2.55	3.05	15.20
$w_{Pd}/(g/t)$	39.45	50.24	77.94	141.47
$R/(g/t)$	5.90	7.54	11.70	21.22

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

