



中华人民共和国国家标准

GB/T 3884.1—2012
代替 GB/T 3884.1—2000

GB/T 3884.1—2012

铜精矿化学分析方法 第1部分：铜量的测定 碘量法

Methods for chemical analysis of copper concentrates—
Part 1: Determination of copper content—
Iodine titration method

中华人民共和国
国家标准
铜精矿化学分析方法
第1部分：铜量的测定
碘量法
GB/T 3884.1—2012

*
中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 0.75 字数 14 千字
2013年5月第一版 2013年5月第一次印刷

*
书号: 155066·1-47135 定价 16.00 元

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)68510107



GB/T 3884.1—2012

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

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4、表5数据采用线性内插法或外延法求得:

表4 再现性限(方法1)

$w_{Cu}/\%$	12.24	21.74	30.65	39.97	49.79
$R/\%$	0.20	0.23	0.26	0.29	0.32

表5 再现性限(方法2)

$w_{Cu}/\%$	12.29	21.75	30.65	39.98	49.79
$R/\%$	0.23	0.25	0.27	0.30	0.32

9 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容:

- 试样;
- 使用的标准,GB/T 3884.1—2012;
- 使用的方法;
- 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。

前 言

本标准是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

GB/T 3884《铜精矿化学分析方法》分为14个部分:

- 第1部分:铜量的测定 碘量法;
- 第2部分:金和银量的测定 火焰原子吸收光谱法和火试金法;
- 第3部分:硫量的测定 重量法和燃烧-滴定法;
- 第4部分:氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第5部分:氟量的测定 离子选择电极法;
- 第6部分:铅、锌、镉和镍量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第7部分:铅量的测定 Na_2EDTA 滴定法;
- 第8部分:锌量的测定 Na_2EDTA 滴定法;
- 第9部分:砷和铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、溴酸钾滴定法和二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法;
- 第10部分:铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第11部分:汞量的测定 冷原子吸收光谱法;
- 第12部分:氟和氯量的测定 离子色谱法;
- 第13部分:铜量测定 电解法;
- 第14部分:金和银量测定 火试金重量法和原子吸收光谱法。

本部分为第1部分。

本部分方法1为仲裁方法。

本部分代替 GB/T 3884.1—2000《铜精矿化学分析方法 铜量的测定》,与 GB/T 3884.1—2000 相比,主要发生了如下变动:

- 对文本格式进行了修改。
- 硫代硫酸钠标准滴定溶液的标定改为纯铜标定。
- 方法2增加了含钙、镁、铬高的样品处理方法。
- 补充了精密度和试验报告条款。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准负责起草单位:大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分起草单位:大冶有色金属集团控股有限公司。

本部分参加起草单位:北京矿冶研究总院、江西铜业股份有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、中条山有色金属集团有限公司、昆明冶金研究院、云南铜业股份有限公司、湖南水口山有色金属集团有限公司、阳谷祥光铜业有限公司。

本部分方法1主要起草人:王旭、肖泽红、汤淑芳、李敏、李华昌、王永彬、荣莎莎、苏志霞、陈慧汶、叶欣、李鸿英、刘维理、李蓉、李瑞玲、郑文英、曾光明、曾贞明、张永中、沈丽。

本部分方法2主要起草人:袁功启、肖泽红、施小英、汤淑芳、王静、于力、荣莎莎、苏志霞、陈慧汶、叶欣、廉惠萍、刘维理、李蓉、李瑞玲、郑文英、曾光明、曾贞明、张永中、沈丽。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3884.1—1983、GB/T 3884.1—2000。

6.4.1.2 铜的分离

用 90 mL 水吹洗表皿及杯壁,加入 10 mL 硫酸(3.11)置于电热板上煮沸,在搅拌下,慢慢加入 25 mL 硫代硫酸钠溶液(3.21),煮沸 5 min,保温微沸至沉淀物凝聚,趁热过滤,并用热水洗涤沉淀物三次以上,洗液与分离硫化铜滤液合并后用于原子吸收光谱测定铜量。

6.4.1.3 铜沉淀物的分解

将沉淀物和滤纸返回原三角烧杯中,加入 20 mL 混合酸(3.16)。加热分解沉淀和滤纸(若仍有碳、硫未被分解,可再适当加入混合酸,再加热至完全分解)。并冒烟至近干,冷却。

6.4.1.4 滴定

用 30 mL 水吹洗表皿及杯壁,盖上表皿,置于电热板上煮沸使可溶性盐类溶解,取下冷至室温。滴加氨水(3.17)至沉淀物生成,然后滴加乙酸(3.14)至沉淀物消失,再过量 4 mL,加入 3 mL 氟化氢铵饱和溶液(3.22),摇匀。加入 2 g~3 g 碘化钾(3.2),摇动溶解,立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.25)滴定至浅黄色,加入 2 mL 淀粉溶液(3.28),继续滴定至浅蓝色,加入 5 mL 硫氰酸钾溶液(3.24),激烈摇振至蓝色加深。再滴定至蓝色刚好消失为终点。

6.4.1.5 滤液中铜量的测定

将分离铜后的滤液蒸至近干,取下冷却,加入 100 mL 水于电热板上煮沸,溶解可溶性盐类,取下冷却,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,静置 2 h。

使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,与测定系列标准溶液同时以水调零,测量溶液的吸光度,减去试料的空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铜的质量浓度(ρ)。

6.4.1.6 工作曲线的绘制

6.4.1.6.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 的铜标准溶液(3.27)分别置于一组 200 mL 容量瓶中,加入 1.0 mL 硫酸(3.10),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.1.6.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,以水调零,测量溶液的吸光度,减去“零”浓度溶液的吸光度,以铜的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.4.2 方法 2

6.4.2.1 试料的处理

将试料(6.1)置于 500 mL 三角烧杯中,用少量水润湿,加入 10 mL 盐酸(3.7),置于电热板上低温加热 3 min~5 min,取下稍冷,加入 5 mL 硝酸(3.8)和 0.5 mL~1 mL 溴(3.6),盖上表皿,混匀,低温加热,待试料完全分解后,取下稍冷,用少量水洗涤表皿,继续加热蒸至近干,冷却。

注 1: 若试料中硅含量较高时,需加入 0.5 g 氟化氢铵(3.3)。

注 2: 若试料中碳含量较高时,需加入 2 mL 硫酸(3.10)和 2 mL~5 mL 高氯酸(3.12),加热溶解至无黑色残渣,并蒸干。

注 3: 若试料中含硅、碳较高时,加入 0.5 g 氟化氢铵(3.3)和 5 mL~10 mL 高氯酸(3.12)。

注 4: 若试料中铬含量高时,加入高氯酸冒烟,溶液出现砖红色时,加入盐酸或固体氯化钠,重复 2 次,蒸至近干,加入 5 mL 盐酸(3.7),加热溶解。

注 5: 若试料中钙镁含量高时,用方法 1 测定铜。

6.4.2.2 滴定

用 30 mL 水吹洗表皿及杯壁,盖上表皿,置于电热板上煮沸,使可溶性盐类完全溶解,取下冷至室

铜精矿化学分析方法 第 1 部分:铜量的测定 碘量法

1 范围

GB/T 3884 的本部分规定了铜精矿中铜含量测定的方法:长碘量法(方法 1)和短碘量法(方法 2),以下简称方法 1 和方法 2。

本部分适用于铜精矿中铜含量的测定。测定范围:13.00%~50.00%。

2 方法提要

2.1 方法 1

试料经盐酸、硝酸和硫酸分解,在稀硫酸溶液中加入硫代硫酸钠溶液使铜离子以硫化铜状态从溶液中分离。沉淀用混合酸溶解,调节溶液的 pH 值为 3.0~4.0,用氟化氢铵掩蔽铁,加入碘化钾与二价铜作用,析出的碘以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。分离铜后的滤液采用原子吸收光谱法测定铜量。

2.2 方法 2

试料经盐酸、硝酸分解后,用乙酸铵溶液调节溶液的 pH 值为 3.0~4.0,用氟化氢铵掩蔽铁,加入碘化钾与二价铜作用,析出的碘以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

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 纯铜($w_{Cu} \geq 99.999\%$):将纯铜放入微沸的乙酸(3.14)中,微沸 1 min,取出后用水和无水乙醇(3.4)分别冲洗二次以上,在 100 °C 烘箱中烘 4 min,冷却,置于磨口瓶中备用。

3.2 碘化钾。

3.3 氟化氢铵。

3.4 无水乙醇。

3.5 三氯甲烷。

3.6 溴。

3.7 盐酸($\rho 1.19$ g/mL)。

3.8 硝酸($\rho 1.42$ g/mL)。

3.9 硝酸(1+1)。

3.10 硫酸($\rho 1.84$ g/mL)。

3.11 硫酸(1+1)。

3.12 高氯酸($\rho 1.67$ g/mL)。

3.13 冰乙酸($\rho 1.05$ g/mL)。