

ICS 73.060
D 42



中华人民共和国国家标准

GB/T 3884.1—2000

GB/T 3884.1—2000

铜精矿化学分析方法 铜量的测定

Methods for chemical analysis of copper concentrates
—Determination of copper content

中华人民共和国
国家标准
铜精矿化学分析方法
铜量的测定
GB/T 3884.1—2000

*

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.bzcs.com

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 0.75 字数 12 千字
2005年2月第一版 2005年2月第一次印刷

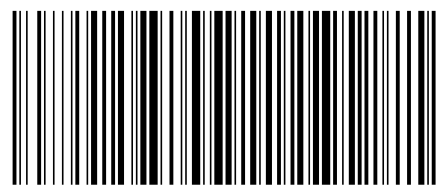
*

书号:155066·1-22295 定价 10.00 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)68533533



GB/T 3884.1—2000

2000-02-16 发布

2000-08-01 实施

国家质量技术监督局 发布

附录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

使用 PE-1100B 型原子吸收光谱仪测定铜量的工作条件如表 A1。

表 A1

波长, nm	324.7
灯电流, mA	7
燃烧器高度, mm	5
光谱通带, nm	0.7
空气流量, L/min	9.0
乙炔流量, L/min	2.2

前 言

本标准采用两种化学分析方法测定铜精矿中铜含量。

本标准的方法 1(即长碘量法)系非等效采用 ISO 10258:1994《硫化铜精矿中铜量的测定》的方法。非等效采用说明如下:a)本法测定范围为:13.00%~50.00%;ISO 10258:1994 的测定范围为:15.00%~50.00%;b)在分析技术上完全相同。

本标准的方法 2(即短碘量法)是对 GB/T 3884.1—1983《铜精矿化学分析方法 碘量法测定铜量》的重新确认,只进行了编辑性修改。

本标准遵守:

GB/T 1.1—1993 标准化工作导则 第 1 单元:标准的起草与表述规则 第 1 部分:标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起代替 GB/T 3884.1—1983。

本标准中的附录 A 为提示的附录。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由大冶有色金属公司起草。

本标准主要起草人,方法 1:朱立中、王旭、丁红;方法 2:姚桂芳、袁功启、王旭。

6.3.1.6.1 移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 的铜标准溶液分别置于一组 200 mL 容量瓶中,加入 1.0 mL 硫酸(3.8),用水稀释至刻度,混匀。

6.3.1.6.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,采用氘灯扣除背景,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。

6.3.2 方法 2(短碘量法)的测定

6.3.2.1 试料的处理

将试料(6.1)置于 500 mL 锥形烧杯中,用少量水润湿,加入 10 mL 盐酸置于电热板上低温加热 3~5 min,取下稍冷,加入 5 mL 硝酸(3.8)和 5 mL 溴,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(3.5)。
- 2 若试料中碳含量较高时,需加 2 mL 硫酸(3.8)和 2~5 mL 高氯酸,加热溶解至无黑色残渣,并蒸干。
- 3 若试料中含硅、碳较高时,加 0.5 g 氟化氢铵(3.5)和 5~10 mL 高氯酸。

6.3.2.2 滴定

用 30 mL 水冲洗表皿及杯壁,盖上表皿,置于电热板上煮沸,使可溶性盐类完全溶解,取下冷至室温。滴加乙酸铵溶液至红色不再加深并过量 3~5 mL,然后滴加氟化氢铵饱和溶液(3.17)至红色消失并过量 1 mL,混匀。加入 2~3 g 碘化钾摇动溶解,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,继续滴定至浅蓝色刚好消失即为终点。

注

- 1 若铁含量极少时,需补加 1 mL 三氯化铁溶液。
- 2 如铅、铋含量较高时,需提前加 2 mL 淀粉溶液。

7 分析结果的表述

7.1 方法 1(长碘量法)

按式(2)计算铜的百分含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{c(V_s - V_0) \times 0.06355 + m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

7.2 方法 2(短碘量法)

按式(3)计算铜百分含量。

$$\text{Cu}(\%) = \frac{c(V_s - V_0) \times 0.06355}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

上两式中: c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_s ——测定时,滴定试料溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——测定时,滴定空白试验溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

m_1 ——分离铜后从滤液(6.3.1.5)中测得的铜量($m_1 = c_1 \times 200 \times 10^{-3}$), g;

m_0 ——试料的质量, g;

0.06355——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}) = 1.00 \text{ mol/L}$] 相当的质量, g/mol。

所得结果表示至二位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差:

中华人民共和国国家标准

铜精矿化学分析方法 铜量的测定

GB/T 3884.1—2000

代替 GB/T 3884.1—1983

Methods for chemical analysis of copper concentrates —Determination of copper content

1 范围

本标准规定了铜精矿中铜含量测定的两种分析方法:长碘量法和短碘量法。

本标准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(长碘量法)

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以硫化铜状态从溶液中分离铜,使其从干扰元素中分离出来。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(短碘量法)

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

3.1 碘化钾。

3.2 铜片($\geq 99.99\%$):将铜片放入微沸的冰乙酸(3.16)中,微沸 1 min,取出后用水和无水乙醇分别冲洗二次以上,在 100℃烘箱中烘 4 min,冷却,置于磨口瓶中备用。

3.3 溴。

3.4 无水乙醇。

3.5 氟化氢铵。

3.6 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

3.7 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.8 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)。

3.9 高氯酸($\rho 1.67 \text{ g/mL}$)。

3.10 冰乙酸($\rho 1.05 \text{ g/mL}$)。

3.11 氨水($\rho 0.90 \text{ g/mL}$)。

3.12 硝酸(1+1)。

3.13 硫酸(1+1)。

3.14 硝硫混酸:将 700 mL 硝酸(3.7)和 300 mL 硫酸(3.8)混合。

国家质量技术监督局 2000-02-16 批准

2000-08-01 实施