

ICS 77.120.30
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 5121.27—2008

GB/T 5121.27—2008

铜及铜合金化学分析方法 第 27 部分：电感耦合等离子体 原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of copper and copper alloys—
Part 27: The inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
铜及铜合金化学分析方法
第 27 部分：电感耦合等离子体
原子发射光谱法
GB/T 5121.27—2008

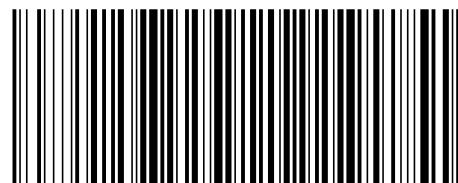
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

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 0.75 字数 16 千字
2008 年 8 月第一版 2008 年 8 月第一次印刷

*
书号：155066·1-33027 定价 14.00 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 5121.27—2008

2008-06-17 发布

2008-12-01 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

6.5.2 工作曲线Ⅱ——待测元素质量分数为 0.001%~0.1%

称取 1.000 纯铜(3.1)于一组 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 混合酸(3.15),盖上表皿,加热至完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,用水洗涤表皿及杯壁,冷却,移入一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、1.00 mL、5.00 mL、10.00 mL 标准溶液 A(3.45),5.00 mL、0.00 mL 标准溶液 B(3.46),[配制银工作曲线时补加 10 mL 盐酸(3.12)]用水稀释至刻度,混匀。(根据所测元素质量分数的范围,从工作曲线中选择适当的 3 个点~4 个点进行分析。)

6.5.3 工作曲线Ⅲ——待测元素质量分数大于 0.05%至表 1 测定上限(镍质量分数 0.05%~14%)

加入 0 mL、5.00 mL、10.00 mL 标准溶液 A(3.45)、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL 标准贮存溶液(3.26~3.40 中每毫升 1 mg)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 混合酸(3.15)[配制银工作曲线时改为加入 10 mL 盐酸(3.12)],用水稀释至刻度,混匀。(根据所测元素质量分数的范围,从工作曲线中选择适当的 3 个点~4 个点进行分析。)

6.5.4 工作曲线Ⅳ——镍的质量分数大于 14%

加入 0 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、18.00 mL 镍标准溶液(3.26)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 1.00 mL 内标溶液(3.25),10 mL 混合酸(3.15),用水稀释至刻度,混匀。

6.5.5 标准样品系列溶液

选择与待测试样基体一致、质量分数相近的有证标准样品(3.47),称取与待测试样相同的量,随同试料制备标准样品系列溶液。

6.6 测定

6.6.1 仪器测定条件(推荐),见表 3。测定磷元素和硫元素时,光室通氩气或氮气 12 h 以上或抽真空。

表 3 等离子光谱仪测定条件(推荐)

项目	功率/W	辅助气流量/(L/min)	雾室压力/Psi	泵速/(r/min)	积分时间/s
测定条件	1 150	0.5	25	100	5~30

6.6.2 分析线(推荐),见表 4。

表 4 各元素分析线(推荐)

元素	P	Ag	Bi	Sb	As	Fe	Ni	Pb	Sn
波长/nm	187.28	328.06	190.24	206.83	189.04	259.94	231.60	220.35	189.98
元素	S	Zn	Mn	Cd	Se	Te	Al	Si	Co
波长/nm	182.03	206.20	257.61	226.50	196.09	214.28	396.15	288.15	228.61
元素	Ti	Mg	Be	Zr	Cr	B	Hg	—	—
波长/nm	334.94	285.21	313.10	339.19	267.71	249.77	194.22	—	—

注:镍、锰质量分数大于 3%时,波长选择为: Ni341.47 nm、Mn279.48 nm。内标 La 波长为 408.67 nm。

6.6.3 于电感耦合等离子体原子发射光谱仪,在各元素选定的波长处,测量按质量分数高低选择的工作曲线(6.5)的光谱强度,当工作曲线线性 $r \geq 0.999$ 时,进行试料溶液(6.4)的测定,检查各测定元素谱线的背景并在适当的位置进行背景校正,由计算机自动给出各测定元素的质量浓度。

7 分析结果的计算

按式(1)计算测定元素的质量分数 $w(X)$,数值以%表示:

$$w(X) = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \cdot 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_0 ——空白溶液的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

前 言

GB/T 5121《铜及铜合金化学分析方法》共有 27 部分。

- 第 1 部分:铜含量的测定;
- 第 2 部分:磷含量的测定;
- 第 3 部分:铅含量的测定;
- 第 4 部分:碳、硫含量的测定;
- 第 5 部分:镍含量的测定;
- 第 6 部分:铋含量的测定;
- 第 7 部分:砷含量的测定;
- 第 8 部分:氧含量的测定;
- 第 9 部分:铁含量的测定;
- 第 10 部分:锡含量的测定;
- 第 11 部分:锌含量的测定;
- 第 12 部分:铈含量的测定;
- 第 13 部分:铝含量的测定;
- 第 14 部分:锰含量的测定;
- 第 15 部分:钴含量的测定;
- 第 16 部分:铬含量的测定;
- 第 17 部分:铍含量的测定;
- 第 18 部分:镁含量的测定;
- 第 19 部分:银含量的测定;
- 第 20 部分:镓含量的测定;
- 第 21 部分:钛含量的测定;
- 第 22 部分:镉含量的测定;
- 第 23 部分:硅含量的测定;
- 第 24 部分:硒、碲含量的测定;
- 第 25 部分:硼含量的测定;
- 第 26 部分:汞含量的测定;
- 第 27 部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 27 分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由中铝洛阳铜业有限公司、北京矿冶研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由中铝洛阳铜业有限公司起草。

本部分由大冶有色金属有限公司设计研究院、广州有色金属研究院参加起草。

本部分主要起草人:夏庆珠、秦书平、张敬华、谢丽云、李伟、姚巧萍、梅恒星、高钰、孟慧娟、杨丽娟、刘爱菊、寇志磊。

本部分主要验证人:彭建军、戴凤英、施小英、熊晓燕、王津、何梅、余学兵、潘小玲、刘天平。

溶液保持一致的酸度。

3.47 有证系列国家或行业标准样品。

3.48 氩气(体积分数 $\geq 99.99\%$)。

3.49 氮气(体积分数 $\geq 99.99\%$)。

4 仪器

4.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪

——分光室具有抽真空或驱气功能；

——200 nm 处光谱分辨率应小于 0.01 nm。

4.2 备有自动搅拌装置的恒电流电解器,附网状铂阴极、螺旋状铂阳极。

5 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 2 称取试样(5),精确至 0.000 1 g。

表 2 试料量及稀释体积

质量分数/%	试料量/g	稀释体积/mL
0.000 05~0.000 5	5.000	25
>0.000 5~0.001	5.000	50
>0.001~0.1	1.000	100
>0.1~7.0	0.100	100
>7.0~35.0	0.100	200

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 试料溶液的制备

6.4.1 待测元素质量分数大于 0.001% 至表 1 测定上限时(镍质量分数 0.001%~14%; 铅质量分数 0.002%~7%)

6.4.1.1 将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL~15 mL 混合酸(3.15),盖上表皿,加热至试料完全溶解,用水洗涤表皿及杯壁,冷却。按表 2 移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.1.2 含硅、锆、钛的试样

将试料(6.1)置于 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL~15 mL 混合酸(3.15),2 滴氢氟酸(3.7),加热(硅为待测元素时,加热温度不得超过 60℃)溶解。待试料溶解完全后,加入 5 mL 硼酸饱和溶液(3.17),混匀,按表 2 移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即转移到原聚四氟乙烯烧杯中。

6.4.1.3 含铬的试样

将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL~10 mL 硝酸(3.9),3 mL~5 mL 高氯酸(3.6),盖上表皿,加热使试样溶解并蒸发至冒高氯酸烟(约 1 min~2 min)使溶液澄清,取下冷却,用水洗涤表皿及杯壁,按表 2 移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.1.4 含银的试样

铜及铜合金化学分析方法 第 27 部分:电感耦合等离子体 原子发射光谱法

1 范围

本部分规定了铜及铜合金中磷、银、铋、锑、砷、铁、镍、铅、锡、硫、锌、锰、镉、硒、碲、铝、硅、钴、钛、镁、铍、锆、铬、硼、汞 25 个元素的电感耦合等离子体发射光谱测定方法。

本部分适用于铜及铜合金中磷、银、铋、锑、砷、铁、镍、铅、锡、硫、锌、锰、镉、硒、碲、铝、硅、钴、钛、镁、铍、锆、铬、硼、汞元素含量的多元素同时测定,也适用于其中一个元素的独立测定。各元素测定范围见表 1。

表 1 各元素测定范围

元素	质量分数/%	元素	质量分数/%
P	0.000 1~1.00	Se	0.000 1~0.002 0
Ag	0.001~1.50	Te	0.000 1~1.00
Bi	0.000 05~3.00	Al	0.001~14.00
Sb	0.000 1~0.10	Si	0.001~5.00
As	0.000 1~0.20	Co	0.01~3.00
Fe	0.000 1~7.00	Ti	0.01~1.00
Ni	0.000 1~35.00	Mg	0.01~1.00
Pb	0.000 1~7.00	Be	0.01~3.00
Sn	0.000 1~10.00	Zr	0.01~1.00
S	0.001~0.10	Cr	0.01~2.00
Zn	0.000 05~7.00	B	0.000 5~1.00
Mn	0.000 05~14.00	Hg	0.000 5~0.10
Cd	0.000 05~3.00	—	—

2 方法原理

试样用硝酸和盐酸混合酸或硝酸分解。在酸性介质中,使用电感耦合等离子体发射光谱仪,于各元素所对应的波长处测量其质量浓度。硒和碲的质量分数不大于 0.001% 时,以砷做载体共沉淀富集微量硒、碲与基体铜分离;铁、镍、锌、镉的质量分数不大于 0.001% 时,电解除铜分离富集;磷、铋、锑、砷、锡、锰的质量分数不大于 0.001%、铅质量分数不大于 0.002% 时,用铁做载体,氢氧化铁共沉淀磷、铋、锑、砷、锡、锰、碲、铅与基体铜分离、富集;镍的质量分数大于 14% 时,以镧做内标。

3 试剂及材料

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(铜的质量分数不小于 99.99%、待测元素的质量分数不大于 0.000 05%)。

3.2 次亚磷酸钠。