

ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 3654.2—2008
代替 GB/T 3654.2—1983

GB/T 3654.2—2008

铌铁 铜含量的测定 新亚铜灵-三氯甲烷萃取光度法

Ferroniobium—Determination of copper content—
The neocuproine-chloroform extraction photometric method

中华人民共和国
国家标准
铌铁 铜含量的测定
新亚铜灵-三氯甲烷萃取光度法
GB/T 3654.2—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 0.5 字数 6 千字
2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷

*

书号: 155066·1-32262 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 3654.2—2008

2008-05-13 发布

2008-11-01 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 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试料应通过 0.125 mm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 试料量

按表 1 称取试料,精确至 0.000 1 g。

表 1

铜含量/%	试料量/g	试液分取量/(mL/mL)
0.004 0~0.020	1.00	25/100
>0.020~0.070	1.00	10/100
>0.070~0.15	0.50	10/100
>0.15~0.18	0.50	5/100

7.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于铂皿中,加入 10 mL 硝酸(4.1)、5 mL 氢氟酸(4.2),加热溶解试料后,继续加热至溶液与皿壁接触处刚刚出现铈酸时,取下,加入 10 mL 硫酸(4.4),摇匀。加热至铈酸溶解后,取下稍冷,加入 40 mL 柠檬酸溶液(4.6),微热使溶液澄清,取下,加入 5 mL 硼酸溶液(4.8),冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用柠檬酸溶液(4.6)稀释至刻度,混匀。

7.3.2 移取试液(按表 1 选取),置于 150 mL 分液漏斗中,加水补至 40 mL,加入 5 mL 盐酸羟胺溶液(4.7),混匀。用氢氧化铵(4.5)慢慢调节至 pH=5~7,加入 5 mL 新亚铜灵乙醇溶液(4.9),混匀,放置 1 min。

7.3.3 加入 10.0 mL 三氯甲烷(4.3),振荡 1 min,静置分层,将部分有机相干过滤于 2 cm 比色皿中,以三氯甲烷(4.3)为参比,于分光光度计波长 460 nm 处,测量其吸光度。

7.3.4 减去随同试料空白试验的吸光度后,从校准曲线上查出相应的铜量。

7.4 校准曲线的绘制

移取 0、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、12.00 mL、16.00 mL 铜标准溶液(4.10.2),分别置于 150 mL 分液漏斗中,分别加水补至 30 mL,加入 10 mL 柠檬酸溶液(4.6)、5 mL 盐酸羟胺溶液(4.7),用氢氧化铵(4.5)慢慢调节至 pH=5~7,加入 5 mL 新亚铜灵乙醇溶液(4.9),混匀,放置 1 min,以下按 7.3.3 进行。减去随同试料空白试验的吸光度,以铜量为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

8 结果的计算

按式(1)计算铜的含量(质量分数):

$$w(\text{Cu})(\%) = \frac{m_1}{m_0 \times r} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从校准曲线上查得的铜量,g;

m_0 ——试料量,g;

r ——试液分取比。

前 言

本部分代替 GB/T 3654.2—1983《铈铁化学分析方法 新亚铜灵-三氯甲烷萃取光度法测定铜量》。

本部分与 GB/T 3654.2—1983 相比较主要进行了以下修改:

——试料量由 0.50 g 调整为根据含量不同分别为 0.50 g 和 1.00 g;

——试液分取量由 10 mL 调整为根据含量不同分别为 25 mL、10 mL 和 5 mL;

——增加标准溶液 1 mL 含 5.00 μg 铜。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:中钢集团吉林铁合金股份有限公司。

本部分主要起草人:袁萍、高玉敏、毕军。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

GB/T 3654.2—1983。