

铜及铜合金化学分析方法 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Method for chemical analysis of copper and copper alloys
—The inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method

中华人民共和国有色金属
行业标准
铜及铜合金化学分析方法
电感耦合等离子体原子发射光谱法
YS/T 586—2006

*

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.bzchs.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 15 千字
2006年9月第一版 2006年9月第一次印刷

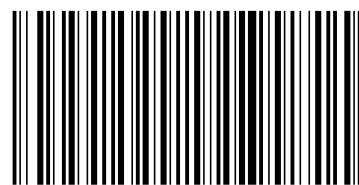
*

书号: 155066·2-17113 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



YS/T 586-2006

2006-05-25 发布

2006-12-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

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、含量相近的有证标准样品(3.46), 称取与待测试样相同的量, 随同试剂制备标准样品系列溶液。

6.6 测定

6.6.1 推荐仪器测定条件, 见表 3。测定磷、硫时要求光室通氩气或氮气 12 h 以上或抽真空。

表 3 等离子光谱仪测定条件

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

6.6.2 推荐分析线, 见表 4。

表 4 各元素分析线

元素	P	Ag	Bi	Sb	As	Fe	Ni	Pb	Sn	S	Zn	Mn
波长/nm	178.28	328.06	190.24	206.83	189.04	259.94	231.60	220.35	189.98	182.03	206.20	257.61
元素	Cd	Se	Te	Al	Si	Co	Ti	Mg	Be	Zr	Cr	B
波长/nm	226.50	196.09	214.28	396.15	288.15	228.61	334.94	285.21	313.10	339.19	267.71	249.77

注: 镍、锰质量分数大于 3% 时, 波长选择为: Ni 341.47 nm, Mn 279.48。内标 La 波长为 408.67。

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, 进行试样溶液(6.4)的测定, 检查各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元素的质量浓度。

7 分析结果的计算

按公式(1)计算待测元素(x)的质量分数:

$$w(x) = \frac{(P_1 - P_0)V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$w(x)$ ——待测元素质量分数(%);

P_0 ——空白溶液的质量浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

P_1 ——试样溶液的质量浓度, 单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液总体积, 单位为毫升(mL);

m ——试料的质量, 单位为克(g)。

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, 在表 5 给出的平均值范围内, 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)按表 5 数据采用线性内插法求得:

前 言

本标准采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定铜及铜合金中磷、银、铋、锑、砷、铁、镍、铅、锡、硫、锌、锰、镉、硒、碲、铝、硅、钴、钛、镁、铍、锆、铬、硼等 24 个常见分析元素, 可满足 GB/T 5231—2001《加工铜及铜合金化学成分和产品形状》及 ISO、ASTM、JIS 标准中数百个铜及铜合金牌号的化学成分分析。

本标准不作为仲裁方法。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由中铝洛阳铜业有限公司负责起草。

本标准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。

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

本标准主要验证人: 彭建军、戴凤英、施小英、熊晓燕、王津、何梅、余学兵。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准是首次制定。

4.2 备有自动搅拌装置的恒电流电解器,附铂阴极、铂阳极。

5 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

6 分析步骤

6.1 随同试料做空白实验。

6.2 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	25.00
>0.000 5~0.001	5.000	50.00
>0.001~0.1	1.000	100.00
>0.05~7.0	0.100	100.00
>7.0~35.0	0.100	200.00

6.3 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

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(6.2)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(6.2)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。待试样溶解完全后,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(6.2)置于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL~10 mL 硝酸(3.9),3~5 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:

将试料(6.2)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,补加 10 mL 盐酸(3.12),冷却。按表 2 移入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

注:称取 1.000 0 g 试样,银的质量分数大于 0.3%时,加入 10 mL 硝酸(3.9)溶解试料。

6.4.2 待测元素的质量分数不大于 0.001%时:

6.4.2.1 硒、碲

将试料(6.2)置于 400 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.9),盖上表皿,低温加热至试料完全溶解,稍冷,加入 10 mL 高氯酸(3.6),加热至冒白烟 2 min~3 min,用水洗表皿及杯壁,取下冷却。

加入 120 mL 盐酸(3.13),低温加热使盐类溶解,加入 1.5 mL 砷溶液(3.22)、10 g 次亚磷酸钠(3.2),搅拌至溶解,加热至溶液呈棕色,于水浴上加热至还原析出单体砷、硒和碲(约需 1 h~1.5 h),冷

铜及铜合金化学分析方法 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

本标准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、硼等 24 个元素的电感耦合等离子体原子发射光谱测定方法。

本标准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、硼等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	Cd	0.000 05~3.00
Ag	0.001~1.50	Se	0.000 1~0.002 0
Bi	0.000 05~3.00	Te	0.000 1~1.00
Sb	0.000 1~0.10	Al	0.001~14.00
As	0.000 1~0.20	Si	0.001~5.00
Fe	0.000 1~7.00	Co	0.01~3.00
Ni	0.000 1~35.00	Ti	0.01~1.00
Pb	0.000 1~7.00	Mg	0.01~1.00
Sn	0.000 1~10.00	Be	0.01~3.00
S	0.001~0.10	Zr	0.01~1.00
Zn	0.000 05~7.00	Cr	0.01~2.00
Mn	0.000 05~14.00	B	0.000 5~1.00

2 方法提要

试样用硝酸与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原子发射光谱仪,于各元素所对应的波长处测量其质量浓度。硒及碲质量分数不大于 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,以镉做内标溶液。

3 试剂及材料

3.1 纯铜(铜含量≥99.95%,待测元素的质量分数<0.000 1%)。

3.2 次亚磷酸钠。

3.3 碳酸铵。

3.4 氨水(ρ0.9 g/mL),优级纯。

3.5 硫酸(ρ1.84 g/mL)。