



中华人民共和国国家标准

GB/T 4103.3—2012
代替 GB/T 4103.3—2000

铅及铅合金化学分析方法 第3部分：铜量的测定

Methods for chemical analysis of lead and lead alloys—
Part 3: Determination of copper content

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

前 言

GB/T 4103《铅及铅合金化学分析方法》共分 16 部分：

- 第 1 部分：锡量的测定；
- 第 2 部分：铋量的测定；
- 第 3 部分：铜量的测定；
- 第 4 部分：铁量的测定；
- 第 5 部分：铊量的测定；
- 第 6 部分：砷量的测定；
- 第 7 部分：硒量的测定；
- 第 8 部分：碲量的测定；
- 第 9 部分：钙量的测定；
- 第 10 部分：银量的测定；
- 第 11 部分：锌量的测定；
- 第 12 部分：铟量的测定；
- 第 13 部分：铝量的测定；
- 第 14 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 15 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 16 部分：铜、银、铋、砷、铋、锡、锌量的测定 光电直读发射光谱法。

本部分为 GB/T 4103 的第 3 部分。

本部分代替 GB/T 4103.3—2000《铅及铅合金化学分析方法 铜量的测定》，与 GB/T 4103.3—2000 相比，主要有如下变动：

- 补充了含大量铋、锡的铅合金样品的溶解和处理方法；
- 补充了精密度条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：株洲冶炼集团股份有限公司、北京矿冶研究总院、陕西东岭冶炼有限公司、白银有色西北铜加工有限公司。

本部分参加起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司、白银有色西北铜加工有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、中金岭南韶关冶炼厂。

本部分主要起草人：常守森、奚红杰、李遵义、赵义、杨永刚、赵振林、任志满、何宗蒲、杨建兵。

本部分所代替标准历次版本发布情况为：

- GB/T 4103.3—2000；
- GB/T 472.1—1984；
- GB/T 4103.5—1983。

铅及铅合金化学分析方法

第3部分:铜量的测定

1 范围

GB/T 4103 的本部分规定了铅及铅合金中铜含量的测定方法。

本部分适用于铅及铅合金中铜含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(ISO 1042)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(ISO 648)

GB/T 12809 实验室玻璃仪器 玻璃量器的设计和结构原则(ISO 384)

GB/T 12810 实验室玻璃仪器 玻璃量器的容量校准和使用方法(ISO 4787)

3 总则

3.1 除非另有说明,在分析中仅使用确认的分析纯试剂;所用水为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水,应符合 GB/T 6682 的规定。

3.2 所用仪器均应在检定周期内,其性能应达到检定要求的技术参数指标;玻璃容器使用 GB/T 12808、GB/T 12809、GB/T 12806 中规定的 A 级,具体使用方法参照 GB/T 12810 的要求。

4 方法 火焰原子吸收光谱法

4.1 测定范围

铜含量的测定范围为 0.000 50%~0.60%(质量分数)。

4.2 原理

试料用硝酸溶解(当 $w_{Cu} \leq 0.002 0\%$,铅以硫酸铅沉淀形式与铜分离)。在稀酸介质中,用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处测量铜的吸光度。当试料含有大量锡、锑时,加 Na_2EDTA 、柠檬酸铵和酒石酸助溶和防止水解。

4.3 试剂

4.3.1 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)。

4.3.2 柠檬酸铵。

4.3.3 酒石酸。

4.3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

4.3.5 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.3.6 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

4.3.7 氢溴酸(ρ 1.67 g/mL)。

4.3.8 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

4.3.9 硫酸(1+1)。

4.3.10 硝酸(1+2)。

4.3.11 硫酸(2+98)。

4.3.12 铜标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铜($w_{\text{Cu}} \geq 99.99\%$)置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(4.3.10),盖上表皿,置于电热板上低温溶解至完全,微沸以除去氮的氧化物,取下,用水吹洗表皿及杯壁,冷至室温后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

4.3.13 铜标准溶液:移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液(4.3.12)于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 铜。

4.4 仪器

4.4.1 分析天平:可精确至 0.1 mg。

4.4.2 火焰原子吸收光谱仪,采用空气-乙炔火焰,波长 324.7 nm。

4.5 试样

4.5.1 试样要求

铅及铅合金的取样应按照已颁布的标准方法进行。将试样加工成最大边长不超过 3 mm 的样屑。

4.5.2 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 称样量和试液体积

铜质量分数/%	试料量/g	加入硝酸量(4.3.10)/mL	试液总体积/mL	分取体积/mL	测定体积/mL
0.000 50~0.002 0	2.50	30	50	—	—
>0.002 0~0.010	1.00	20	100	—	—
>0.010~0.05	1.00	20	100	20	100
>0.05~0.20	1.00	20	100	5	100
>0.20~0.60	1.00	20	100	2	100

4.6 分析步骤

警告:应按照原子吸收光谱仪器使用规程点燃和熄灭空气-乙炔燃烧器,以避免可能的爆炸危险。

4.6.1 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

4.6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

4.6.3 标准溶液的制备

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 铜标准溶液(4.3.13),分别置于—组 100 mL 容量瓶中。加入 3 mL 硝酸(4.3.4),以水稀释至刻度,混匀。

4.6.4 试样溶液的制备

4.6.4.1 铜质量分数为 0.000 50%~0.002 0%时

4.6.4.1.1 将试料(4.5.2)置于 300 mL 烧杯,按表 1 加入硝酸(4.3.10)(当试样中锡、锑含量高时,根据称样量加入 EDTA、柠檬酸、酒石酸),盖上表皿,在电热板上低温分解完全,继续蒸至出现大量结晶,取下,用水吹洗表皿及杯壁,加少许水,摇动,使晶体全部溶解。

注:溶解 1 g 铅合金,加入 1.0 g Na₂ EDTA(4.3.1)、1.0 g 柠檬酸铵(4.3.2)、0.5 g 酒石酸(4.3.3)。

4.6.4.1.2 加入 15 mL 硫酸(4.3.9),混匀,静置 15 min,沉淀用慢速定量滤纸过滤,用硫酸(4.3.11)洗涤烧杯及沉淀 5 次~6 次,滤液置于 300 mL 烧杯中。将滤液置于电热板上加热蒸至白烟冒尽,取下,冷至室温。[当试样中锡、锑含量高时,将滤液置于电热板上加热至完全碳化,取下稍冷,沿杯壁加入 10 mL 高氯酸(4.3.6),在电热板上蒸至白烟冒尽,赶尽高氯酸,取下稍冷,加入 10 mL 氢溴酸(4.3.7),加热至冒白烟,蒸至近干(若锡、锑含量高,可再次加入适量的氢溴酸(4.3.7),直至除尽为止),取下,冷至室温]

4.6.4.1.3 沿杯壁加入 3 mL 硝酸(4.3.4),用少量水冲洗杯壁,在电热板上微热至沸,使盐类溶解,取下,冷至室温。将溶液移入表 1 规定的容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.6.4.2 铜质量分数为 0.002 0%~0.60%时

4.6.4.2.1 试料按 4.6.4.1.1 处理后,冷至室温。将溶液按表 1 移入容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.6.4.2.2 按表 1 分取相应的溶液,移入 100 mL 容量瓶中,补加 3 mL 硝酸(4.3.4),以水稀释至刻度,混匀。

4.6.5 测定

4.6.5.1 概述

仪器应配有由厂家推荐的铜元素空心阴极灯,波长设定在 324.7 nm 处,用空气-乙炔火焰进行测定。当设备具有计算机系统控制功能时,工作曲线的建立、校标(漂移校正、标准化、重新校准)和铜含量的测定应按照计算机软件操作说明书的要求进行。

4.6.5.2 工作曲线的绘制

按仪器的操作条件,在波长 324.7 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,测定标准溶液的吸光度,减去标准系列中零浓度溶液的吸光度,以铜浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

4.6.5.3 试液的测定

按仪器的操作条件,在与标准溶液测定相同条件下测量样品溶液的吸光度,减去随同试料空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的铜浓度。

4.7 分析结果计算

4.7.1 铜的含量以铜的质量分数 w_{Cu} 计,数值以 % 表示,铜的含量在 $\leq 0.010\%$ 时按式(1)计算:

$$w_{Cu} = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：
ρ ——自工作曲线上查得的铜浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；
V ——试液体积，单位为毫升(mL)；
m ——试料的质量，单位为克(g)。

4.7.2 铜的含量以铜的质量分数 w_{Cu} 计，数值以 % 表示，铜的含量在 >0.010 时按式(2)计算：

$$w_{Cu} = \frac{\rho \cdot V_1 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m \cdot V_3} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：
ρ ——自工作曲线上查得的铜浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；
V₁ ——试样定容体积，单位为毫升(mL)；
V₂ ——测定溶液体积，单位为毫升(mL)；
V₃ ——分取溶液体积，单位为毫升(mL)；
m ——试料的质量，单位为克(g)。

计算结果大于 0.10% 时，表示到小数点后两位；小于 0.10% 时，表示到小数点后三位；小于 0.010% 时，表示到小数点后四位。

4.8 精密度

4.8.1 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，在以下给出的平均值范围内，这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 2 数据采用线性内插法求得。

表 2 重复性限

铜的质量分数/%	0.000 3	0.001 1	0.003 5	0.005 9	0.036	0.12	0.27	0.63
r/%	0.000 1	0.000 2	0.000 3	0.000 4	0.002	0.01	0.02	0.05

注：重复性限(r)为 2.8S_r，S_r 为重复性标准差。

4.8.2 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超过再现性限(R)，超过再现性限(R)的情况不超过 5%，再现性限(R)按表 3 数据采用线性内插法求得。

表 3 再现性限

铜的质量分数/%	0.000 3	0.001 1	0.003 5	0.005 9	0.036	0.12	0.27	0.63
R/%	0.000 1	0.000 3	0.000 4	0.000 5	0.003	0.01	0.03	0.10

注：再现性限(R)为 2.8S_R，S_R 为再现性标准差。

5 试验报告

——试样；

- 使用的标准(包括发布或出版年号);
 - 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。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铅及铅合金化学分析方法
第 3 部分:铜量的测定

GB/T 4103.3—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 11 千字
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47031 定价 16.00 元



GB/T 4103.3-2012

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