



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.3—2020
代替 GB/T 20975.3—2008

铝及铝合金化学分析方法 第3部分：铜含量的测定

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

2020-06-02 发布

2021-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 37 个部分：

- 第 1 部分：汞含量的测定；
- 第 2 部分：砷含量的测定；
- 第 3 部分：铜含量的测定；
- 第 4 部分：铁含量的测定；
- 第 5 部分：硅含量的测定；
- 第 6 部分：镉含量的测定；
- 第 7 部分：锰含量的测定；
- 第 8 部分：锌含量的测定；
- 第 9 部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：锡含量的测定；
- 第 11 部分：铅含量的测定；
- 第 12 部分：钛含量的测定；
- 第 13 部分：钒含量的测定；
- 第 14 部分：镍含量的测定；
- 第 15 部分：硼含量的测定；
- 第 16 部分：镁含量的测定；
- 第 17 部分：锆含量的测定；
- 第 18 部分：铬含量的测定；
- 第 19 部分：钴含量的测定；
- 第 20 部分：镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法；
- 第 21 部分：钙含量的测定；
- 第 22 部分：铍含量的测定；
- 第 23 部分：铈含量的测定；
- 第 24 部分：稀土总含量的测定；
- 第 25 部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 26 部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第 27 部分：铈、镧、钪含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 28 部分：钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 29 部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 30 部分：氢含量的测定 加热提取热导法；
- 第 31 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 32 部分：铋含量的测定；
- 第 33 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 34 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 35 部分：钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 36 部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 37 部分：铌含量的测定。



本部分为 GB/T 20975 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 20975.3—2008《铝及铝合金化学分析方法 第 3 部分:铜含量的测定》。本部分与 GB/T 20975.3—2008 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

- 增加了标准使用安全警示;
- 增加了“规范性引用文件”(见第 2 章);
- 增加了“术语和定义”(见第 3 章);
- 删除了“电解重量法”,(见 2008 年版的方法三 电解重量法);
- 删除了“草酰二酰肼分光光度法”(见 2008 年版的方法四草酰二酰肼分光光度法);
- 修改了“新亚铜灵分光光度法”的精密度(见 4.7,2008 年版的第 8 章);
- 修改了“火焰原子吸收光谱法”的精密度(见 5.7,2008 年版的第 17 章);
- 增加了硫代硫酸钠滴定法(见第 6 章);
- 增加了“试验报告”(见第 7 章)。

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(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:内蒙古霍煤鸿骏铝电有限责任公司、有色金属技术经济研究院、西安汉唐分析检测有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、东北轻合金有限责任公司、昆明冶金研究院、内蒙古锦联铝材有限公司、北京有色金属与稀土应用研究所、广东省韶关市质量计量监督检测所、有研亿金新材料有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司。

本部分主要起草人:李志辉、张燕、席欢、姚永峰、贾梦琳、赵欢娟、郭燕瑶、周兵、刘维理、张馨予、原建昌、吴庆春、范树辉、延凤泊、袁齐、邱伟明、刘朝方、熊晓东、杨永刚、王悦。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6987.3—1986、GB/T 6987.3—2001;
- GB/T 6987.29—2001;
- GB/T 20975.3—2008。

铝及铝合金化学分析方法

第 3 部分:铜含量的测定

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围



GB/T 20975 的本部分规定了新亚铜灵分光光度法、火焰原子吸收光谱法和硫代硫酸钠滴定法测定铝及铝合金中铜含量。

本部分适用于铝及铝合金中铜含量的仲裁测定。新亚铜灵分光光度法测定范围:0.000 5%~0.012%;火焰原子吸收光谱法测定范围:0.005 0%~8.00%;硫代硫酸钠滴定法测定范围:3.00%~70.00%。

注:铜质量分数为 0.005 0%~0.012%时,采用新亚铜灵分光光度法为仲裁检验方法;铜质量分数为 3.00%~8.00%时,采用火焰原子吸收光谱法为仲裁检验方法。

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 8005.2 铝及铝合金术语 第 2 部分:化学分析

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

GB/T 8005.2 界定的术语和定义适用于本文件。

4 新亚铜灵分光光度法

4.1 方法提要

试料用盐酸、硝酸溶解,用盐酸羟胺将二价铜离子还原为一价铜离子,于 pH 4.5 左右用三氯甲烷萃取新亚铜灵与一价铜离子形成的有色络合物,于分光光度计波长 460.0 nm 处测量其吸光度,以此测定铜含量。

4.2 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

4.2.1 氢氟酸($\rho=1.14$ g/mL)。

4.2.2 三氯甲烷。

4.2.3 盐酸(1+1)。

4.2.4 硝酸(1+1)。

4.2.5 硫酸(1+1)。

4.2.6 氨水(1+1)。

4.2.7 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

4.2.8 柠檬酸铵溶液(500 g/L)。

4.2.9 新亚铜灵乙醇溶液(1 g/L):称取 0.1 g 2,9-二甲基-1,10-菲啰啉于烧杯中,用无水乙醇稀释至 100 mL(放置过夜)。

4.2.10 铜标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 铜($w_{\text{Cu}} \geq 99.99\%$),置于预先盛有 20 mL 水和 10 mL 硝酸(4.2.4)的 400 mL 烧杯中,盖上表面皿,待溶解完全后,置于水浴上蒸发至结晶开始析出,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

4.2.11 铜标准溶液:移取 5.00 mL 铜标准贮存溶液(4.2.10)置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 铜。

4.2.12 刚果红试纸。

4.3 仪器

分光光度计。

4.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

称取质量(m_0)为 0.50 g 的试样(4.4),精确至 0.000 1 g。

4.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

4.5.3 空白试验

随同试料(4.5.1)做空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料(4.5.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 5 mL 水和 15 mL 盐酸(4.2.3)。待试料完全溶解后加入 2 mL 硝酸(4.2.4),加热煮沸 2 min~3 min,驱除氮氧化物(空白蒸发至 2 mL 左右),用少量水洗杯壁,冷却至室温。以慢速滤纸过滤(如清亮可不过滤)。用热盐酸(4.2.3)洗涤滤纸和残渣 8 次~10 次。收集滤液和洗液于 400 mL 烧杯中,如有大量残渣,将滤纸连同残渣置于铂坩埚中,烘干后于 550 °C 灰化完全(不要燃烧),冷却。加入 2 mL 硫酸(4.2.5)和 5 mL 氢氟酸(4.2.1),逐滴滴入硝酸(4.2.4)至溶液清亮。加热蒸发至冒硫酸烟,于 700 °C 灼烧 10 min(不超过 700 °C),冷却。加入尽量少的盐酸(4.2.3)和数毫升水,加热使沉淀完全溶解(如浑浊需过滤),将此溶液合并于主试液中。

4.5.4.2 在试液中加入 8 mL 柠檬酸铵溶液(4.2.8),5 mL 盐酸羟胺溶液(4.2.7),混匀,加入 5 mL 新亚铜灵乙醇溶液(4.2.9),投入一小块刚果红试纸(4.2.12),用氨水(4.2.6)调到刚果红试纸变红色后,改用 pH 试纸再继续小心调至 pH 值约 4.5,将试液移入 250 mL 分液漏斗中,使体积约 60 mL~70 mL,加入 10.00 mL 三氯甲烷(4.2.2)萃取 2 min。

4.5.4.3 将有机相的部分试液移入 1 cm 吸收池中,以三氯甲烷(4.2.2)作参比,于分光光度计波长

460.0 nm处测量其吸光度,将所测得吸光度减去空白试验溶液的吸光度后,从工作曲线上查得相应的铜质量(m_1)。

4.5.5 工作曲线的绘制

移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 铜标准溶液(4.2.11)于一组 250 mL 烧杯中,各加入 20 mL 水和 3 mL 盐酸(4.2.3),混匀。以下按 4.5.4.2 进行,无需调整 pH 值,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计在波长 460.0 nm 处测量其吸光度。以铜量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.6 试验数据处理

铜含量以铜质量分数 w_{Cu} 计,按式(1)计算:

$$w_{\text{Cu}} = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的铜质量,单位为毫克(mg);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

铜质量分数 $\geq 0.001 0\%$ 时,计算结果保留两位有效数字;铜质量分数 $< 0.001 0\%$ 时,计算结果保留一位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两个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 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1

$w_{\text{Cu}}/\%$	0.000 7	0.001 7	0.003 7	0.006 1	0.011
$r/\%$	0.000 1	0.000 2	0.000 3	0.000 4	0.001

4.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不大于再现性限 R ,超过再现性限 R 的情况不超过 5%。再现性限 R 按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2

$w_{\text{Cu}}/\%$	0.000 7	0.001 7	0.003 7	0.006 1	0.011
$R/\%$	0.000 1	0.000 3	0.000 5	0.000 7	0.002

5 火焰原子吸收光谱法

5.1 方法提要

试料用盐酸和过氧化氢溶解,于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,用空气-乙炔(或一氧化二氮-乙

炔)贫燃性火焰测量铜吸光度,以此测定铜含量。

5.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

5.2.1 纯铝($w_{\text{Al}} \geq 99.99\%$, $w_{\text{Cu}} \leq 0.0010\%$)。

5.2.2 氢氟酸($\rho = 1.14 \text{ g/mL}$)。

5.2.3 硝酸($\rho = 1.42 \text{ g/mL}$)。

5.2.4 过氧化氢($\rho = 1.10 \text{ g/mL}$)。

5.2.5 盐酸(1+1)。

5.2.6 硫酸(1+1)。

5.2.7 铝溶液(20 mg/mL):称取 20.00 g 纯铝(5.2.1)置于 1 000 mL 烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 600 mL 的盐酸(5.2.5)。待剧烈反应停止后,缓慢加热至完全溶解,然后加入数滴过氧化氢(5.2.4),煮沸数分钟以分解过量的过氧化氢,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

5.2.8 铜标准贮存溶液:称取 1.000 g 铜($w_{\text{Cu}} \geq 99.95\%$),置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 5 mL 硝酸(5.2.3),缓慢加热至完全溶解,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

5.2.9 铜标准溶液 A:移取 100.00 mL 铜标准贮存溶液(5.2.8)置于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀(用时现配)。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铜。

5.2.10 铜标准溶液 B:移取 50.00 mL 铜标准贮存溶液(5.2.8)置于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀(用时现配)。此溶液 1 mL 含 0.05 mg 铜。

5.3 仪器

原子吸收光谱仪,附铜空心阴极灯。仪器应满足下列条件:

- 特征浓度:在与测量试料溶液基体一致的溶液中,铜的特征浓度应不大于 $0.033 \mu\text{g/mL}$;
- 精密性:用最高浓度的标准溶液测量吸光度 10 次,其标准偏差应不超过吸光度平均值的 1.0%,用最低浓度的标准溶液(不是零浓度溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%;
- 工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分为五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.70。

5.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料

称取质量(m_2)为 1.00 g 的试样(5.4),精确至 0.000 1 g。

5.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

5.5.3 空白试验

称取 1.00 g 纯铝(5.2.1)代替试料(5.5.1),随同试料做空白试验。

5.5.4 测定

5.5.4.1 将试料(5.5.1)置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,加入约 10 mL 水,分次加入总量为 30 mL 盐酸(5.2.5),待剧烈反应停止后,缓慢加热至试料完全溶解。滴加适量的过氧化氢(5.2.4),加热煮沸 10 min,以除去过量的过氧化氢,冷却。

5.5.4.2 如有不溶物需用定量滤纸过滤、洗涤,保留此溶液为主滤液,将残渣连同滤纸置于铂坩埚中,灰化(勿使滤纸燃着),在约 550 °C 灼烧,冷却。加入 2 mL 硫酸(5.2.6)和 5 mL 氢氟酸(5.2.2),并逐滴加入硝酸(5.2.3)至溶液清亮(约 1 mL),加热蒸发至干。在约 700 °C 下灼烧 10 min,冷却。用尽量少的盐酸(5.2.5)和少量水溶解残渣(必要时过滤),将此溶液合并于主滤液中。

5.5.4.3 按表 3 将试液或处理不溶物后合并的试液移入相应容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

表 3

铜质量分数 $w_{\text{Cu}}/\%$	试液总体积 V_0/mL	分取体积 V_1/mL	测试体积 V/mL	补加盐酸/ mL
0.005 0~0.050	100	—	—	—
>0.050~0.50	1 000	—	—	—
>0.50~5.00	500	20.00	100	10
>5.00~8.00	1 000	10.00	250	25

5.5.4.4 按表 3 移取相应体积的试液于相应容量瓶中,补加相应体积的盐酸(5.2.5),用水稀释至刻度,混匀。将空白试验溶液及试液于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,以空气-乙炔贫燃性火焰,以水调零,测量铜的吸光度。用试液的吸光度(减去空白试验溶液的吸光度)从工作曲线上查出相应的铜的质量浓度(ρ)。

5.5.5 工作曲线的绘制

5.5.5.1 根据试料中铜的质量分数,系列标准溶液的制备分为以下 4 种:

- 铜的质量分数为 0.005 0%~0.050% 时,移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铜标准溶液 B(5.2.10),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 50.0 mL 铝溶液(5.2.7),以水稀释至刻度,混匀;
- 铜质量分数为 >0.050%~0.50% 时,移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铜标准溶液 B(5.2.10),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 5.0 mL 铝溶液(5.2.7),以水稀释至刻度,混匀;
- 铜质量分数为 >0.50%~5.00% 时,移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、12.00 mL、16.00 mL、20.00 mL 铜标准溶液 A(5.2.9),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 2.0 mL 铝溶液(5.2.7)、10 mL 盐酸(5.2.5)以水稀释至刻度,混匀;
- 铜质量分数为 >5.00%~8.00% 时,移取 0 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、7.00 mL、8.00 mL 铜标准溶液 A(5.2.9),分别置于一组 250 mL 容量瓶中,加入 0.5 mL 铝溶液(5.2.7)、25 mL 盐酸(5.2.5),以水稀释至刻度,混匀。

5.5.5.2 将系列标准溶液(5.5.5.1)于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,用空气-乙炔贫燃性火焰,以水调零,测量系列标准溶液的吸光度。以铜的质量浓度为横坐标,吸光度(减去“零”浓度溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

5.6 试验数据处理

铜含量以铜质量分数 w_{Cu} 计,按式(2)计算:

$$w_{\text{Cu}} = \frac{\rho V_0 V \times 10^{-3}}{m_2 V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得试液中铜的质量浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V ——测试体积,单位为毫升(mL);

m_2 ——试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——分取体积,单位为毫升(mL)。

铜的质量分数 $\geq 1.00\%$ 时,计算结果表示到小数点后两位;铜的质量分数 $< 1.00\%$ 时,计算结果保留两位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

5.7 精密度

5.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两个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 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4

$w_{\text{Cu}}/\%$	0.005 9	0.096	1.52	3.83	6.31
$r/\%$	0.000 8	0.006	0.11	0.12	0.23

5.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不大于再现性限 R ,超过再现性限 R 的情况不超过 5%。再现性限 R 按表 5 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5

$w_{\text{Cu}}/\%$	0.005 9	0.096	1.52	3.83	6.31
$R/\%$	0.001 0	0.008	0.14	0.19	0.24

6 硫代硫酸钠滴定法

6.1 方法提要

试样用盐酸、硝酸分解。在氟化物存在下,用硫酸驱除硅和硝酸,然后在 pH 3.0~4.0 的氟化氢铵溶液中,铜(II)与碘化钾反应生成碘化亚铜并析出等物质的量的碘,用硫代硫酸钠标准溶液滴定,计算出铜含量。

6.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

6.2.1 无水碳酸钠。

6.2.2 盐酸(1+1)。

6.2.3 硝酸(1+1)。

6.2.4 硫酸(1+1)。

6.2.5 硫酸(1+17)。

6.2.6 氨水(1+1)。

6.2.7 硫氰酸钾(100 g/L):称取 10 g 硫氰酸钾溶于 50 mL 水中,稀释至 100 mL,必要时过滤。

6.2.8 氟化氢铵溶液(200 g/L):称取 200 g 氟化氢铵溶于 800 mL 水中,稀释至 1 000 mL,贮存于聚乙烯瓶中。

6.2.9 碘化钾溶液(200 g/L):称取 200 g 碘化钾溶于 800 mL 水中,稀释至 1 000 mL,置于棕色试剂瓶中贮存于暗处。

6.2.10 重铬酸钾标准溶液 $[c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.100\ 0\ \text{mol/L}]$:

称取 4.903 0 g 基准重铬酸钾(预先在 140 °C 烘干 2 h 并在干燥器中冷却至室温),置于 300 mL 烧杯中,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.2.11 硫代硫酸钠标准滴定溶液($c_1 \approx 0.1\ \text{mol/L}$):

——配制:称取 26 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)或 16 g 无水硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)溶于热水,冷却后,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

——标定:移取 20.00 mL 重铬酸钾标准溶液(6.2.10)于 500 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 碘化钾(6.2.9)及 20 mL 硫酸(6.2.5),混匀,于暗处放置 10 min,加 50 mL 水,用配制好的硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,近终点时(黄绿色)加入 5 mL 淀粉指示剂(6.2.12),继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色,记录消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积 V_3 。同时做空白试验。

——计算:由式(3)计算硫代硫酸钠标准溶液的浓度:

$$c_1 = \frac{c(1/6K_2Cr_2O_7)V_2}{V_3 - V_4} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$c(1/6K_2Cr_2O_7)$ ——重铬酸钾标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——移取重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_3 ——标定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_4 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留四位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

6.2.12 淀粉指示剂(5 g/L):称取 1 g 淀粉用水润湿,加入 200 mL 沸水,再煮至透明冷却,现用现配。

6.3 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

6.4 分析步骤

6.4.1 试料

按表 6 称取试样(6.3)的质量(m_3),精确至 0.000 1 g。

表 6

铜的质量分数 $w_{\text{Cu}}/\%$	试料质量 m_3/g	加入盐酸/mL
3.00~10.00	0.80	20
>10.00~20.00	0.50	15
>20.00~70.00	0.20	15

6.4.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

6.4.3 测定

6.4.3.1 将试料(6.4.1)置于 500 mL 锥形杯中,按照表 6 加入盐酸(6.2.2),加热溶解至出现铜粉或铜片后加入 2.5 mL 氟化氢铵溶液(6.2.8)和 10 mL 硝酸(6.2.3),继续加热至试样完全溶解。加入 10 mL 硫酸(6.2.4),加热至刚刚冒硫酸烟,冷却,加入约 40 mL 水,摇匀。

6.4.3.2 向溶液(6.4.3.1)中慢慢滴加氨水(6.2.6)至刚刚出现浑浊,加入 3 mL 氟化氢铵溶液(6.2.8),摇动并用水吹洗杯壁。稀释至 100 mL 左右摇匀(控制酸度范围在 pH 3~4 之间),冷却至室温,加入 10 mL 碘化钾溶液(6.2.9),摇匀,此时出现棕黄色沉淀,迅速用硫代硫酸钠标准溶液(6.2.11)滴定至溶液淡黄色,加入 3 mL 淀粉指示剂(6.2.12),继续滴至溶液浅蓝色,加入 10 mL 硫氰酸钾(6.2.7),再滴定至溶液蓝色恰好消失,即为终点,记录消耗硫代硫酸钠标准溶液体积 V_5 。

6.5 试验数据处理

铜含量以铜质量分数 w_{Cu} 计,按式(4)计算:

$$w_{\text{Cu}} = \frac{c_1 V_5 \times 63.546 \times 10^{-3}}{m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

c_1 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_5 ——消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

63.546——铜的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m_3 ——试料的质量,单位为克(g);

计算结果表示到小数点后 2 位,数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

6.6 精密度

6.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两个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 7 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 7

$w_{\text{Cu}}/\%$	3.60	5.77	13.00	20.52	40.56	49.91	59.04
$r/\%$	0.22	0.17	0.18	0.44	0.52	0.62	0.65

6.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不大于再现性限 R ,超过再现性限 R 的情况不超过 5%。再现性限 R 按表 8 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 8

$w_{Cu}/\%$	3.60	5.77	13.00	20.52	40.56	49.91	59.04
$R/\%$	0.20	0.23	0.25	0.60	0.90	1.20	1.50

7 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 本部分编号、名称及所用的方法;
- b) 关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息;
- c) 以适当的形式表达试验结果;
- d) 试验过程中出现的异常现象;
- e) 审核、批准等人员的签名。

