



中华人民共和国国家标准

GB/T 5121.12—2008

代替 GB/T 5121.12—1996, GB/T 13293.4—1991

铜及铜合金化学分析方法 第 12 部分：锑含量的测定

Methods for chemical analysis of copper and copper alloys—
Part 12: Determination of antimony content

(ISO 5956: 1986, Copper and copper alloys—Determination of antimony
content—Rhodamine B spectrometric method, MOD)

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

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:锆含量的测定;
- 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 12 部分。

本部分包括方法一、方法二、方法三。铈的质量分数在 0.001 0%~0.070%时,仲裁时推荐采用方法二。

本部分方法三等同采用 ISO 5956:1986《铜合金——铈量的测定——罗丹明 B 光度法》,与国际标准相比作了如下编辑性修改:

- 用小数点“.”代替在国际标准中作为小数点的逗号“,”;
- 用“本方法”代替“本国际标准”;
- 修改了国际标准中非法定计量单位;
- 将公式、章条号、表号进行重新编序;
- 删除了国际标准中封面、目次、前言和引言。

本部分代替 GB/T 5121.12—1996《铜及铜合金化学分析方法 铈量的测定》和 GB/T 13293.4—1991《高纯阴极铜化学分析方法 5-Br-PADAP 分光光度法测定铈量》。

本部分与 GB/T 5121.12—1996、GB/T 13293.4—1991 相比,主要变动如下:

——方法一是对 GB/T 13293.4—1991 的修订。采用“氢化物发生-原子荧光光谱法”代替原标准“5-Br-PADAP 分光光度法”。测定范围由 0.000 05%~0.001% 改为 0.000 05%~0.002 0%;

——方法二是对 GB/T 5121.12—1996 的修订,补充了质量保证和控制条款,增加了精密度条款;

——增加了方法三:等同采用国际标准 ISO 5956:1986《铜合金——铈量的测定——罗丹明 B 光度法》。

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。

本部分方法一由江西铜业集团公司贵溪冶炼厂、北京矿冶研究总院起草。

本部分方法一由铜陵有色金属集团控股公司参加起草。

本部分方法一主要起草人:占光仙、卢秋兰、梁亚群、于力、汤淑芳。

本部分方法一主要验证人:樊占芳、高红波。

本部分方法二由甘肃西北铜加工有限责任公司起草。

本部分方法二由中铝洛阳铜业有限公司公司、中铝沈阳有色金属加工有限公司参加起草。

本部分方法二主要起草人:杨桂平、李文军。

本部分方法二主要验证人:王惠、孙爱平、谢丽云、靳宽利。

本部分方法三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起草。

本部分方法三主要起草人:张敬华、李华昌、杨丽娟。

本部分方法三主要验证人:符斌、夏庆珠。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 5121.12—1996、GB/T 13293.4—1991。

铜及铜合金化学分析方法

第 12 部分: 铈含量的测定

1 方法一 氢化物发生-无色散原子荧光光谱法

1.1 范围

本方法规定了铜及铜合金中铈含量的测定方法。

本方法适用于中铜及铜合金中铈含量的测定,测定范围:0.000 05%~0.002 0%。

1.2 方法原理

试样用硝酸溶解,在氨性介质中用氢氧化镧共沉淀铈并与基体铜分离,沉淀以热盐酸溶解。在氢化物发生器中,铈被硼氢化钾还原为氢化物,用氩气导入石英炉原子化器中,于原子荧光光谱仪上测定铈元素的荧光强度。

1.3 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蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

1.3.1 硝酸(1+1)优级纯。

1.3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)优级纯。

1.3.3 盐酸(11+89)。

1.3.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)BVⅢ级。

1.3.5 氨水(5+95)。

1.3.6 硫脲-抗坏血酸混合溶液:称取 100 g 硫脲,50 g 抗坏血酸,用水溶解后稀释至 1 000 mL,摇匀。

1.3.7 硝酸镧(50 g/L):称取 50 g 硝酸镧溶于 1 000 mL 水中,摇匀。

1.3.8 硼氢化钾溶液(15 g/L):称取硼氢化钾 15 g 溶于含氢氧化钾(5 g/L)的 1 000 mL 水溶液中,摇匀。现用现配。

1.3.9 铈标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铈(铈的质量分数 \geq 99.95%),低温加热溶于 10 mL 硝酸(1.3.1),加酒石酸 0.5 g,加入 90 mL 硝酸(1.3.1),冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 铈。

1.3.10 铈标准溶液:移取 2.00 mL 铈标准贮存溶液(1.3.9)于 200 mL 容量瓶中,加盐酸(1.3.2) 20 mL,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 铈。

1.4 仪器

1.4.1 原子荧光光谱仪,附铈高强度空心阴极灯。

1.4.2 在仪器最佳工作条件下,凡达到下列指标者均可使用:

——检出极限:不大于 2×10^{-9} g/mL。

——精密度:用 0.02 μ g/mL 的铈标准溶液测量 10 次荧光强度,其标准偏差不应超过平均荧光强度的 5.0%。

——AFS230 型原子荧光光谱仪工作(推荐)条件。