

前 言

本标准合订本中《铜量的测定》方法 2、《铁量的测定》方法 1、《锡量的测定》方法 2、《锰量的测定》方法 1 及《镉量的测定》方法,分别为等效采用 ISO 1553:1976《含铜量不低于 99.90%的纯铜——电解法测定含铜量》、ISO 1812:1976《铜及铜合金铁量的测定——1,10-二氮杂菲分光光度法》、ISO 3111:1975《铜合金——合金元素锡的测定——滴定法》、ISO 2543:1973《铜及铜合金——锰量的测定——高碘酸钾分光光度法》、ISO 5960:1984《铜合金——镉含量的测定——火焰原子吸收光谱法》。采用说明如下:

- a) 《铜量的测定》方法 2:测定范围为大于 99.90%~99.98%,ISO 1553:1976 为不低于 99.9%;
- b) 《铁量的测定》方法 1:测定范围为 0.001 5%~0.50%,ISO 1812:1976 为不大于 0.4%(m/m);
- c) 《锡量的测定》方法 2:测定范围为大于 0.50%~10.00%,ISO 3111:1975 为 0.5%~13%;
- d) 《锰量的测定》方法 1:测定范围为 0.030%~2.50%,精密度按 GB 6379 在 1993 年选择五个水平,由八个实验室共同试验结果确定的。ISO 2543:1973 的测定范围为不大于 6%(m/m),无精密度的规定;
- e) 《镉量的测定》方法:测定范围为 0.50%~1.50%,ISO 5960:1984 为 0.000 5%~2.0%。

本系列标准改变了原标准以铜及铜合金的牌号设立分析方法标准的不合理标准体系结构,建立了以测定元素设分析方法标准的科学的标准体系结构。前者包括铜、黄铜、硅青铜和硅黄铜、锡青铜、白铜、铝青铜、铬青铜、镉青铜、铍青铜化学分析方法 9 个标准,共测定 21 个元素,125 个分析方法;后者为铜及铜合金化学分析方法 1 个标准,共测定 24 个元素,33 个分析方法,其体系已与国际标准接轨。

本系列标准的适用范围包括了 GB 466—82、GB 5231—85、GB 5232—85、GB 5233—85、GB 5234—85 中规定的全部铜及铜合金 88 个牌号的冶炼、加工产品及其相同牌号的铸造产品化学成分含量的测定。其中铜、铁、锌、铝、锰、锡、镍、碳、硫、铅、铬、铍、钛、氧、镉、磷、硅、砷、锑、铋量的测定方法为修订;《硅量的测定》方法 3(重量法)和《钴量的测定》方法,分别为原 GB 6520—86、GB 8550—87 两个标准中的相应方法经编辑性修改后予以重新确认的方法;银、镁、铈量的测定方法为新制定的方法。

本系列标准中《氧量的测定》方法(脉冲加热惰气熔融红外线吸收法),限于目前大部分生产单位和主要的使用单位缺乏测氧仪器的国情,原 YS/T 335—94(即 YB 731—70)《电真空器件用无氧铜含氧量金相检验方法》与新标准同时有效,待测氧仪器普及使用后,废弃原氧量的测定标准。

本系列标准生效之日起,代替 GB 5121—85、GB 5122—85、GB 6520—86、GB 8002—87、GB 8550—87 同时,原行业标准 YS/T 316—94(即 YB 55—64)、YS/T 326—94(即 YB 598—65)、YS/T 327—94(即 YB 599—65)、YS/T 328—94(即 YB 600—65)作废。

本系列标准中的附录,除《锰量的测定》、《磷量的测定》方法 2、《硅量的测定》方法 3 的附录 A 为标准的附录外,其他元素含量测定方法中的附录 A 均为提示的附录。

本系列标准由中国有色金属工业总公司提出。

本系列标准由洛阳铜加工厂、沈阳有色金属加工厂、中国有色金属工业总公司标准计量研究所负责起草。

本系列标准主要负责起草人:张德来、陈德润、覃彦。

本系列标准的起草单位及起草人如下表所示。

分 标 准	起 草 单 位	起 草 人
铜量的测定	洛阳铜加工厂	夏庆珠、姬德厚
铁量的测定	洛阳铜加工厂	杨代新、唐效芬
锌量的测定	沈阳有色金属加工厂	王建成、杨海东、羿淑清
铅量的测定	沈阳有色金属加工厂	陈德润、高 嵩
锰量的测定	沈阳有色金属加工厂	陈德润
锡量的测定	白银有色金属公司西北铜加工厂	李继和、吉春芳
镍量的测定	上海铜管总厂	钱湖平
	浙江省冶金研究院	周寄展、孔水龙、江少娟
碳硫量的测定	沈阳有色金属加工厂	关金光
铅量的测定	沈阳铜加工厂	孙玉宝
钴量的测定	沈阳有色金属加工厂	陈德润
铬量的测定	白银有色金属公司西北铜加工厂	杨岁远
铍量的测定	航天总公司 621 所	黄树茂、姜秀玉
镁量的测定	沈阳有色金属加工厂	李素凤
银量的测定	沈阳有色金属加工厂	杨海东、王建成
镉量的测定	北京矿冶研究总院	周以华
钛量的测定	洛阳铜加工厂	原怀保
氧量的测定	洛阳铜加工厂	张德来
镉量的测定	洛阳铜加工厂	邓宛梅
磷量的测定	洛阳铜加工厂	王同玉、夏庆珠
硅量的测定	洛阳铜加工厂	宋顺茂
砷量的测定	沈阳有色金属加工厂	李素凤
铈量的测定	上海铜管总厂	谢景山
铋量的测定	北京有色金属研究总院	王克刚

中华人民共和国国家标准

GB/T 5121.11—1996

铜及铜合金化学分析方法 铬量的测定

Copper and copper alloys—Determination of chromium content

1 范围

本标准规定了铜及铜合金中铬含量的测定方法。

本标准适用于铜及铜合金中铬含量的测定。测定范围：0.050%~1.30%。

2 引用标准

下列标准包括的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文。在标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 1.4—88 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467—78 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7728—87 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

3 方法提要

试料用硝酸、硫酸、氢氟酸溶解，在稀硫酸介质中以硫酸钠为锆、锰等元素的干扰抑制剂，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 357.9 nm 处，测定铬的吸光度。

4 试剂

4.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。

4.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL)，优级纯。

4.3 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

4.4 过氧化氢(30%)。

4.5 硝酸(1+1)。

4.6 硫酸钠溶液(100 g/L)。

4.7 铬标准溶液：称取 0.141 4 g 预先在 140℃ 下烘干并在干燥器中冷却后的重铬酸钾基准试剂，置于 400 mL 烧杯中，用 10 mL 水溶解，加入 5 mL 硫酸(4.2)，冷却，滴加过氧化氢(4.4)，停止沸腾后过量 2 mL，放置 4 h 以上，直至黄色消失，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 μ g 铬。

5 仪器

原子吸收光谱仪，附铬空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用。

特征浓度：在与测量溶液的基体相一致的溶液中，铬的特征浓度应不大于 0.1 μ g/mL。

精密密度：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.5%；用最

低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)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成五段,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 0.7。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

铬含量, %	试料量, g	分取试液体积, mL
0.050~0.30	0.400	25.00
>0.30~1.30	0.200	10.00

独立地进行二次测定,取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料作空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 200 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 5 mL 硝酸,低温溶解并蒸发至体积约为 2 mL,加入 6 mL 硫酸,0.5 mL 氢氟酸,蒸发至冒白烟,趁热滴加 3~5 mL 硝酸(4.1),待剧烈反应完毕,取下表皿,继续蒸发至冒白烟,冷却,加入 10 mL 水溶解盐类,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

6.3.1.1 铬含量 0.05~0.30% 时,按表 1 移取溶液于另一 100 mL 容量瓶中,加 4 mL 硫酸钠溶液,以水稀释至刻度,混匀。

6.3.1.2 铬含量大于 0.30%~1.30% 时,按表 1 移取溶液于另一 100 mL 容量瓶中,补加 0.6 mL 硫酸,4 mL 硫酸钠溶液,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 357.9 nm 处,与标准溶液系列同时,以水调零,测量试料溶液的吸光度。减去试料空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铬浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00 mL 铬标准溶液,分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加 1 mL 硫酸,4 mL 硫酸钠溶液,以水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 在与试料溶液测定相同条件下,测量标准溶液系列的吸光度,减去标准溶液系列中“零”浓度溶液的吸光度,以铬浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算铬的百分含量:

$$\text{Cr}(\%) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——自工作曲线上查得的铬浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_2 ——分取试液稀释后的体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量,g。

所得结果表示至二位小数。若铬含量小于0.10%时,表示至三位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值不得大于表2所列允许差。

表 2

%

铬 含 量	允 许 差
0.050~0.30	0.010
>0.30~1.60	0.02
>0.60~1.30	0.03

附录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

使用 WFX-1D 型原子吸收光谱仪测定铬量的工作条件如表 A1。

表 A1

波 长 nm	灯 电 流 mA	光 谱 通 带 nm	观 测 高 度 mm	空 气 流 量 L/min	乙 炔 流 量 L/min
357.9	2.1	0.1	9	4.8	2.0