



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5121.28—2010

---

## 铜及铜合金化学分析方法 第 28 部分：铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、 硒、银、镉、锡、锑、碲、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法

Method for chemical analysis of copper and copper alloys—  
Part 28: Determination of chromium, iron, manganese, cobalt,  
nickel, zinc, arsenic, selenium, silver, cadmium, tin, antimony,  
tellurium, lead and bismuth content—  
Inductively coupled plasma-mass spectrum method

2011-01-10 发布

2011-10-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

GB/T 5121《铜及铜合金化学分析方法》共有 28 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：镉含量的测定；
- 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；
- 第 28 部分：铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、硒、银、镉、锡、铋、碲、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体  
质谱法。

本部分为第 28 部分。

本部分是按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草的。

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：北京有色金属研究总院。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、金川集团有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司。

本部分主要起草人：李继东、王长华、刘英、李娜、童坚、冯先进、马旭利、李亚楠、邱平、李琴美、姜求韬。

# 铜及铜合金化学分析方法

## 第 28 部分：铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、 硒、银、镉、锡、铋、碲、铅、铋量的测定

### 电感耦合等离子体质谱法

#### 1 范围

GB/T 5121 的本部分规定了铜及铜合金中铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、硒、银、镉、锡、铋、碲、铅和铋含量的测定方法。

本部分适用于铜及铜合金中铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、硒、银、镉、锡、铋、碲、铅和铋含量的测定。测定范围：0.000 05%~0.005 0%。

#### 2 方法提要

试料以硝酸溶解，以电感耦合等离子体质谱法直接测定铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、银、镉、锡、铋、铅和铋含量；以氢氧化镧作共沉淀剂将硒、碲与大量铜基体分离并得到富集，以电感耦合等离子体质谱法测定硒、碲含量。

#### 3 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂；所用水为去离子水，其电阻率不小于 18.2 M $\Omega$ ·cm。

3.1 硝酸 ( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.2 硝酸(1+1)。

3.3 硝酸(1+9)。

3.4 硝酸(1+99)。

3.5 盐酸 ( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.6 盐酸(1+1)。

3.7 氨水 ( $\rho$ 约 0.90 g/mL)。

3.8 氨水(1+9)。

3.9 过氧化氢 ( $\rho$ 约 1.44 g/mL)。

3.10 硝酸镧溶液(100 g/L)：称取 5.015 4 g 三氧化二镧( $w_{La_2O_3} \geq 99.99\%$ ,  $w_{REO} > 99.5\%$ )，置于 50 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(3.2)加热溶解，冷却后转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.11 铬标准贮存溶液：称取 3.734 9 g 铬酸钾( $w_{K_2CrO_4} \geq 99.99\%$ ) (预先在 105 °C 烘烤 1 h)，置于 150 mL 烧杯中，加入 50 mL 水溶解，加入 4 mL 过氧化氢(3.9)还原铬，加热煮沸，冷却，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 铬。

3.12 铁标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 金属铁( $w_{Fe} \geq 99.99\%$ )，置于 150 mL 烧杯中，加入 50 mL 硝酸(3.2)，加热溶解，冷却，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 铁。

- 3.13 锰标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属锰( $w_{Mn} \geq 99.99\%$ ),置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.2),加热溶解,冷却,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 锰。
- 3.14 钴标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属钴( $w_{Co} \geq 99.99\%$ ),置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.2),加热溶解,冷却,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 钴。
- 3.15 镍标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属镍( $w_{Ni} \geq 99.99\%$ ),置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.2),加热溶解,冷却,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 镍。
- 3.16 锌标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属锌( $w_{Zn} \geq 99.99\%$ ),置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.2),加热溶解,冷却,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 锌。
- 3.17 砷标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 单质砷( $w_{As} \geq 99.99\%$ ),置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.2),低温加热溶解,冷却,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 砷。
- 3.18 硒标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 硒( $w_{Se} \geq 99.99\%$ ),置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.2),低温加热溶解,冷却,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 硒。
- 3.19 银标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属银( $w_{Ag} \geq 99.99\%$ ),置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.2),加热溶解,冷却,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 银。
- 3.20 镉标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属镉( $w_{Cd} \geq 99.99\%$ ),置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.2),加热溶解,冷却,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 镉。
- 3.21 碲标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 碲( $w_{Te} \geq 99.99\%$ ),置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.2),加热溶解,冷却,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 碲。
- 3.22 铅标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铅( $w_{Pb} \geq 99.99\%$ ),置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.2),加热溶解,冷却,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 铅。
- 3.23 锡标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属锡( $w_{Sn} \geq 99.99\%$ ),置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(3.5),加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,补加盐酸(3.5)80 mL,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锡。
- 3.24 铋标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铋( $w_{Sb} \geq 99.99\%$ ),置于 150 mL 烧杯中,加入硝酸(3.2)和盐酸(3.6)各 20 mL,加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,补加盐酸(3.5)80 mL,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铋。
- 3.25 铊标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铊( $w_{Bi} \geq 99.99\%$ ),置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.2),加热溶解,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,补加盐酸(3.5)80 mL,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铊。
- 3.26 钨标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属钨( $w_{W} \geq 99.99\%$ ),置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.2),加热溶解,冷却,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 钨。再将此溶液用硝酸(3.4)逐步稀释成 1 mL 含 1.00  $\mu$ g 钨的内标溶液。
- 3.27 混合标准溶液 A:分别移取 1.00 mL 标准贮存溶液(3.11~3.22)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 分别含铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、硒、银、镉、碲、铅各 1  $\mu$ g。
- 3.28 混合标准溶液 B:分别移取 1.00 mL 标准贮存溶液(3.23~3.25)于 1 000 mL 容量瓶中,加入 50 mL 盐酸(3.5),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含锡、铋、铊各 1  $\mu$ g。
- 3.29 氩气( $w_{Ar} \geq 99.99\%$ )。

#### 4 仪器

电感耦合等离子体质谱仪:质量分辨率优于(0.8±0.1)amu。

## 5 试样

试样加工成屑状。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

6.1.1 铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、银、镉、锡、锑、铅和铋的测定,称取 0.50 g 试样,精确至 0.000 1 g。

6.1.2 硒、碲的测定,称取 1.00 g 试样,精确至 0.000 1 g。

### 6.2 测定次数

独立地进行二次测定,取其平均值。

### 6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.4 分析试液的制备

#### 6.4.1 铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、银、镉、锡、锑、铅和铋的测定

6.4.1.1 将试料(6.1.1)置于 50 mL 聚四氟烧杯中,加入 2 mL 硝酸(3.1),加热使试料完全溶解,冷却,移入 50 mL 塑料容量瓶中,用水定容至刻度,混匀。

6.4.1.2 移取 5.00 mL 上述溶液(6.4.1.1)于 50 mL 塑料容量瓶中,加入 1.0 mL 内标溶液(3.26),用硝酸(3.4)定容至刻度,混匀,待测。

#### 6.4.2 硒、碲的测定

将试料(6.1.2)置于 150 mL 烧杯中,加少量水润湿,加 5 mL 硝酸(3.1),微热溶清,冷却;加入 0.5 mL 硝酸镉溶液(3.10),边搅拌边加入过量氨水(3.7)(约 25 mL),静置保温(60 ℃左右)半小时,中速定量滤纸过滤沉淀,以热氨水(3.8)洗涤沉淀至无铜氨络离子颜色,以热去离子水洗涤两次,最后以每次 5 mL 热硝酸(3.3)分两次溶解沉淀,将溶液移入 25 mL 比色管中,加入 0.50 mL 内标溶液(3.26),用水定容至刻度,混匀,待测。

### 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 分别移取 0 mL、0.20 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL 混合标准溶液 A(3.27)于一系列 100 mL 塑料容量瓶中,加入 2.00 mL 内标溶液(3.26),用硝酸(3.4)定容至刻度,混匀。此系列标准溶液 1 mL 含铬、铁、锰、钴、镍、锌、砷、硒、银、镉、碲、铅分别为 0 ng、2.0 ng、10.0 ng、20.0 ng 和 50.0 ng。

6.5.2 分别移取 0 mL、0.20 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL 混合标准溶液 B(3.28)于一系列 100 mL 容量瓶中,加入 2.00 mL 内标溶液(3.26),补加盐酸 1 mL(3.6),用水定容至刻度,混匀。此系列标准溶液 1 mL 含锡、锑、铋分别为 0 ng、2.0 ng、10.0 ng、20.0 ng 和 50.0 ng。

### 6.6 测定

#### 6.6.1 测定同位素的选择

各元素选择的测定同位素见表 1。

表 1

元 素	同位素质量数
Cr	52
Mn	55
Fe	56
Co	59
Ni	60
Zn	68
As	75
Se	77,82
Ag	107
Cd	111
Sb	121
Sn	118
Te	128
Pb	208
Bi	209

注：铁元素采用去干扰技术测定。

6.6.2 将空白试液(6.3)、分析试液(6.4)与系列标准溶液(6.5)同时进行氦等离子体质谱测定。

## 7 分析结果的计算

按下式计算试料中各杂质元素的质量分数  $w_x$ ，数值以%表示：

$$w_x = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V_2 \cdot V_0 \times 10^{-9}}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中：

$\rho_0$  ——空白溶液中各杂质元素的质量浓度，单位为纳克每毫升(ng/mL)；

$\rho_1$  ——样品溶液中各杂质元素的质量浓度，单位为纳克每毫升(ng/mL)；

$V_0$  ——试液总体积，单位为毫升(mL)；

$V_1$  ——分取试液的体积，单位为毫升(mL)；

$V_2$  ——分析试液的体积，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

元 素	质量分数/%	重复性限( $r$ )/%	元 素	质量分数/%	重复性限( $r$ )/%
铬	0.000 1	0.000 05	镉	0.000 1	0.000 03
	0.001 0	0.000 2		0.001 0	0.000 2
	0.005 0	0.000 5		0.005 0	0.000 4
锰	0.000 1	0.000 05	锡	0.000 1	0.000 05
	0.001 0	0.000 2		0.001 0	0.000 2
	0.005 0	0.000 4		0.005 0	0.000 5
铁	0.000 1	0.000 06	铈	0.000 1	0.000 05
	0.001 0	0.000 3		0.001 0	0.000 2
	0.005 0	0.000 6		0.005 0	0.000 5
钴	0.000 1	0.000 04	铅	0.000 1	0.000 04
	0.001 0	0.000 2		0.001 0	0.000 2
	0.005 0	0.000 4		0.005 0	0.000 5
镍	0.000 1	0.000 05	砷	0.000 1	0.000 05
	0.001 0	0.000 2		0.001 0	0.000 2
	0.005 0	0.000 5		0.005 0	0.000 5
锌	0.000 1	0.000 05	碲	0.000 1	0.000 06
	0.001 0	0.000 2		0.001 0	0.000 2
	0.005 0	0.000 5		0.005 0	0.000 6
硒	0.000 05	0.000 03	铋	0.000 1	0.000 03
	0.000 1	0.000 05		0.001 0	0.000 2
	0.001 0	0.000 3		0.005 0	0.000 6
银	0.000 9	0.000 2	—	—	—
	0.002 0	0.000 3	—	—	—
	0.006 0	0.000 5	—	—	—

## 8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对值不大于再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过 5%,再现性限( $R$ )按表 3 数据采用线性内插法求得。

表 3

元 素	质量分数/%	再现性限(R)/%	元 素	质量分数/%	再现性限(R)/%
铬	0.000 1	0.000 1	镉	0.000 1	0.000 1
	0.001 0	0.000 4		0.001 0	0.000 4
	0.005 0	0.001 0		0.005 0	0.001 0
锰	0.000 1	0.000 1	锡	0.000 1	0.000 1
	0.001 0	0.000 4		0.001 0	0.000 4
	0.005 0	0.001 0		0.005 0	0.001 0
铁	0.000 1	0.000 1	铋	0.000 1	0.000 1
	0.001 0	0.000 5		0.001 0	0.000 4
	0.005 0	0.001 0		0.005 0	0.001 0
钴	0.000 1	0.000 1	铅	0.000 1	0.000 1
	0.001 0	0.000 4		0.001 0	0.000 4
	0.005 0	0.001 0		0.005 0	0.001 0
镍	0.000 1	0.000 1	砷	0.000 1	0.000 1
	0.001 0	0.000 4		0.001 0	0.000 4
	0.005 0	0.001 0		0.005 0	0.001 0
锌	0.000 1	0.000 1	铊	0.000 1	0.000 1
	0.001 0	0.000 5		0.001 0	0.000 4
	0.005 0	0.001 0		0.005 0	0.001 0
硒	0.000 05	0.000 05	碲	0.000 05	0.000 05
	0.000 1	0.000 08		0.000 1	0.000 08
	0.001 0	0.000 4		0.001 0	0.000 4
	0.005 0	0.000 8		0.005 0	0.000 8
银	0.000 9	0.000 4	—	—	—
	0.002 0	0.000 6		—	—
	0.006 0	0.001 5		—	—

## 9 质量保证和控制

每周用自制的控制标样(如有国家级或行业级标样时,应首先使用)校核一次本标准分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误,重新进行校核。