



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5121.1—2008  
代替 GB/T 5121.1—1996

## 铜及铜合金化学分析方法 第 1 部分：铜含量的测定

Methods for chemical analysis of copper and copper alloys—  
Part 1: Determination of copper content

(ISO 1554:1976, ISO 1553:1976, Wrought and cast copper alloys and unalloyed copper containing not less than 99,90% of copper—  
Determination of copper content—Electrolytic 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:锑含量的测定;
- 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。

本部分为第 1 部分。

本部分包括方法一、方法二、方法三。

本部分方法一修改采用 ISO 1554:1976《加工及铸造铜合金—铜量的测定—电解法》，在主要技术内容上与 ISO 1554:1976 相同，编写结构不完全对应。具体技术性差异见附录 A、附录 B。

本部分方法三修改采用 ISO 1553:1976《纯铜(≥99.90%)铜量的测定 电解法》，在主要技术内容上与 ISO 1553:1976 相同，编写结构不完全对应。具体技术性差异见附录 C、附录 D。

本部分代替 GB/T 5121.1—1996《铜及铜合金化学分析方法 铜量的测定》。

本部分与 GB/T 5121.1—1996 相比，主要变动如下：

- 方法一是对 GB/T 5121.1—1996 中“方法 1 电解-原子吸收光谱法”的修订，补充了质量保证和控制条款，增加了精密度条款；

- 增加了方法二:高锰酸钾氧化碲-电解-原子吸收光谱法;仅适用于铜碲合金中铜含量的测定;
- 方法三是对 GB/T 5121.1—1996 中“方法 2 电解-分光光度法”的修订,补充了质量保证和控制条款,增加了精密度条款;

本部分附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 为资料性附录。

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。

本部分由中铝洛阳铜业有限公司起草。

本部分由北京有色金属研究总院、江西铜业集团公司贵溪冶炼厂参加起草。

方法一、方法二主要起草人:夏庆珠、李娟娟。

方法一主要验证人:刘芳、沈广鑫、高新秀、肖青华。

方法二主要验证人:刘芳、沈广鑫、高新秀、杨红生。

方法三主要起草人:夏庆珠、姬得厚。

方法三主要验证人:刘芳、杨柏华、高新秀、牛金在。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5121.1—1996。

# 铜及铜合金化学分析方法

## 第 1 部分:铜含量的测定

### 1 方法一 直接电解-原子吸收光谱法

#### 1.1 范围

本方法规定了铜及铜合金中铜含量的测定方法。

本方法适用于铜及铜合金中铜含量的测定。测定范围:50.00%~99.00%。

#### 1.2 方法原理

试料用硝酸和氢氟酸溶解后,以过氧化氢还原氮的氧化物,加入铅以降低阳极上铂的损失,电解使铜在铂阴极上析出。阴极烘干后称量。电解液中残留的铜量用火焰原子吸收光谱法测定。

#### 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 无水乙醇。

##### 1.3.2 氢氟酸( $\rho$ 1.13 g/mL)。

##### 1.3.3 硝酸(1+1)。

##### 1.3.4 过氧化氢(1+9)。

##### 1.3.5 氯化铵溶液(0.02 g/L)。

##### 1.3.6 硝酸铅溶液(10 g/L)。

1.3.7 铜标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 纯铜(铜的质量分数 $\geq$ 99.95%),置于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 硝酸(1.3.3),盖上表皿,加热至完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,用水洗涤表皿及杯壁,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 铜。

1.3.8 铜标准溶液:移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液(1.3.7),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20  $\mu$ g 铜。

#### 1.4 仪器

1.4.1 备有自动搅拌装置和精密直流电流表、电压表的电解器。

1.4.2 电热恒温干燥箱。

1.4.3 铂阴极:用直径约 0.2 mm 的铂丝,编制成每平方厘米约 36  $\mu$ m 筛孔的网,制成网状圆筒形,见图 1。

1.4.4 铂阳极:螺旋形,见图 2。

1.4.5 原子吸收光谱仪,附铜空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——灵敏度:在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中,铜的特征浓度应不大于 0.042  $\mu$ g/mL;

——精密度: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 1.0%;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的标准溶液平均吸光度的 0.5%;

——工作曲线性:将工作曲线按浓度等分成 5 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。

#### 1.5 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

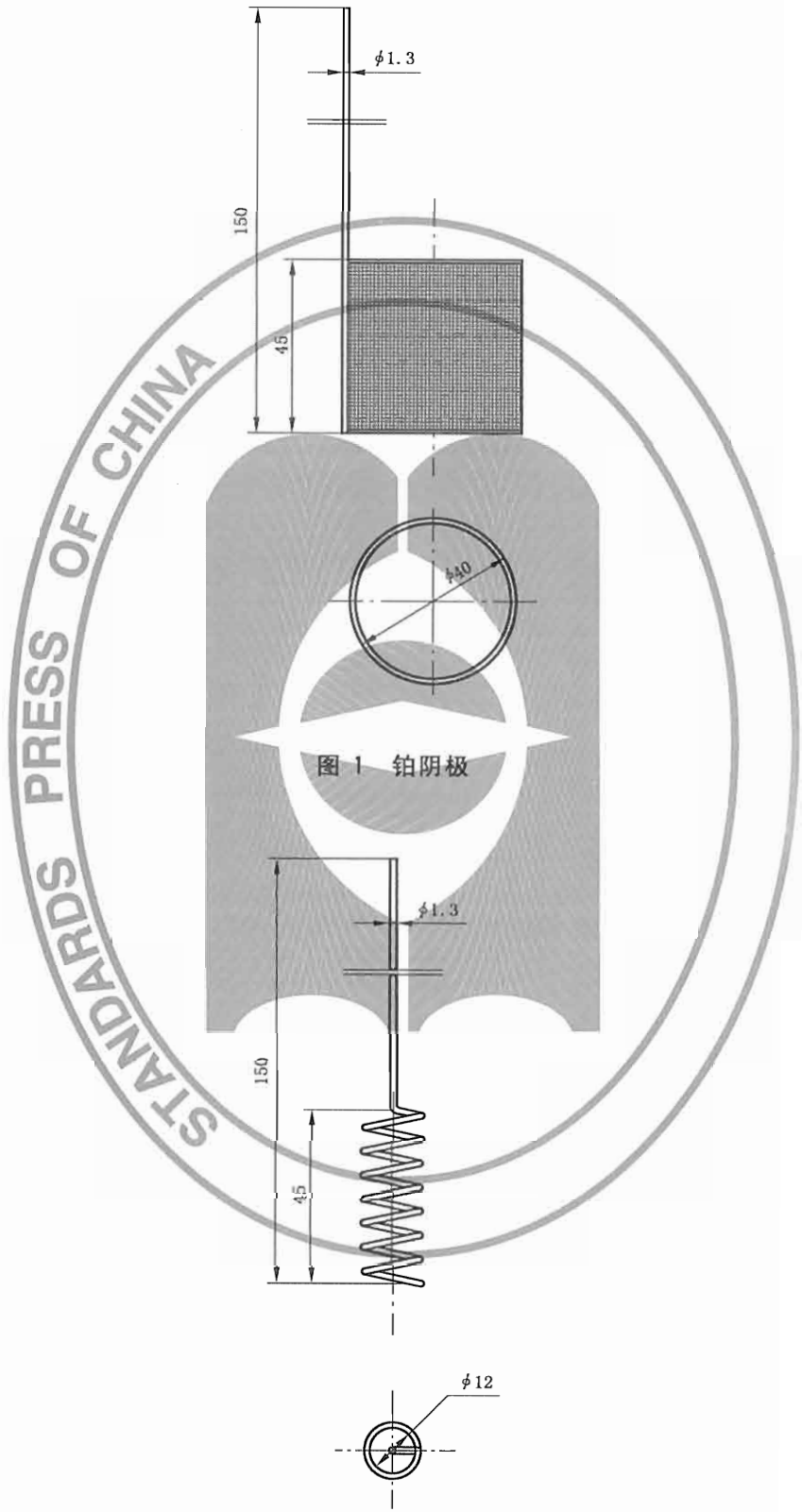


图 1 铂阴极

图 2 铂阳极

## 1.6 分析步骤

### 1.6.1 试料

称取 2.000 g 试样(1.5),精确至 0.000 1 g。

### 1.6.2 测定次数

独立地进行二次测定,取其平均值。

### 1.6.3 空白实验

随同试料做空白试验(可不进行电解)。

### 1.6.4 测定

1.6.4.1 将试料(1.6.1)置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 2 mL 氢氟酸(1.3.2)、30 mL 硝酸(1.3.3)盖上表皿,待反应接近结束,在不高于 80℃下加热至试料完全溶解。

1.6.4.2 加入 25 mL 过氧化氢(1.3.4),3 mL 硝酸铅溶液(1.3.6),以氯化铵溶液(1.3.5)洗涤表皿和杯壁并稀释体积至约 150 mL。

1.6.4.3 将铂阳极和精确称量过的铂阴极安装在电解器上,使网浸没在溶液中,用剖开的聚四氟乙烯皿或聚丙烯皿盖上烧杯。

1.6.4.4 在搅拌下进行电解(电流密度 1.0 A/dm<sup>2</sup>)。电解至铜的颜色褪去,以水洗涤表皿、杯壁和电极杆,继续电解 30 min。如新浸没的电极部分无铜析出,表示已电解完全。

1.6.4.5 不切断电源,慢慢地提升电极或降低烧杯,立即用两杯水依次淋洗电极,迅速取下铂阴极,并依次浸入两杯无水乙醇(1.3.1)中,立即放入 105℃的恒温干燥箱中干燥 3 min~5 min,取出置于干燥器中,冷却至室温后称重。

1.6.4.6 将电解析出铜后的溶液(1.6.4.5)及第一杯洗涤电极的水(1.6.4.5)分别移入 2 个 300 mL 烧杯中,盖上表皿。低温蒸发至体积约为 80 mL,冷却。合并溶液并移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。若残铜量大于 0.000 5 g 时,移取 25.00 mL 溶液(1.6.4.6),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

1.6.4.7 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪,波长 324.7 nm 处,与标准溶液系列同时,以水调零测量试液的吸光度。所测吸光度减去随同试料的空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应铜的质量浓度。

### 1.6.5 工作曲线的绘制

1.6.5.1 移取 0 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL、12.50 mL 铜标准溶液(1.3.8),于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 5 mL 硝酸(1.3.3);用水稀释至刻度,混匀。

1.6.5.2 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,以铜的质量浓度为横坐标、吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 1.7 分析结果的计算

按式(1)计算铜的质量分数  $w(\text{Cu})$ ,数值以%表示:

$$w(\text{Cu}) = \left[ \frac{(m_1 - m_2)}{m_0} + \frac{\rho \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \right] \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_1$ ——铂阴极与沉积铜的总质量,单位为克(g);

$m_2$ ——铂阴极的质量,单位为克(g);

$\rho$ ——自工作曲线上查得的铜的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );

$V_0$ ——电解后残留铜溶液稀释总体积,单位为毫升(mL);

$V_2$ ——分取部分残留铜溶液稀释后体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——分取部分残留铜溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后第二位。

## 1.8 精密度

### 1.8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测试值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%。

表 1 重复性限

铜的质量分数/%	55.00~99.00
重复性限( $r$ )/%	0.10
注:重复性限( $r$ )为 $2.83 S_r$ , $S_r$ 为重复性标准偏差。	

### 1.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值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%。

表 2 再现性限

铜的质量分数/%	55.00~99.00
再现性限( $R$ )/%	0.12
注:再现性限( $R$ )为 $2.83 S_R$ , $S_R$ 为再现性标准偏差。	

## 1.9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

## 2 方法二 高锰酸钾氧化碲-电解-原子吸收光谱法

### 2.1 范围

本方法规定了铜碲合金中铜含量的测定方法。

本方法适用于铜碲合金中铜含量的测定。测定范围: $>98\% \sim 99.9\%$ 。

### 2.2 方法原理

试料用硝酸溶解,加入铅以降低阳极上铂的损失。以高锰酸钾将碲全部氧化为六价防止碲在阴极析出。于  $2.0 \text{ A/dm}^2$  进行电解,使铜在铂阴极上析出,阴极烘干后称量。电解液中残留铜的质量用火焰原子吸收光谱法测定。

### 2.3 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。

#### 2.3.1 无水乙醇。

#### 2.3.2 硝酸(1+1)。

#### 2.3.3 高锰酸钾溶液(20 g/L)。

#### 2.3.4 硝酸锰溶液(20 g/L)。

#### 2.3.5 硝酸铅溶液(10 g/L)。

#### 2.3.6 氯化铵溶液(0.02 g/L)。

2.3.7 铜标准贮存溶液:称取  $1.0000 \text{ g}$  纯铜(铜的质量分数  $\geq 99.95\%$ ),置于  $250 \text{ mL}$  烧杯中,加入  $40 \text{ mL}$  硝酸(2.3.2),盖上表皿,加热至完全溶解,煮沸除去氮的氧化物,用水洗涤表皿及杯壁,冷却。移入  $1000 \text{ mL}$  容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液  $1 \text{ mL}$  含  $1 \text{ mg}$  铜。

2.3.8 铜标准溶液:移取  $10.00 \text{ mL}$  铜标准贮存溶液(2.3.7),置于  $500 \text{ mL}$  容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液  $1 \text{ mL}$  含  $20 \mu\text{g}$  铜。

## 2.4 仪器

2.4.1 备有自动搅拌装置和精密直流电流表、电压表的电解器。

2.4.2 电热恒温干燥箱。

2.4.3 铂阴极:用直径约 0.2 mm 的铂丝,编制成每平方厘米约 36  $\mu\text{g}$  筛孔的网,制成网状圆筒形(见图 1)。

2.4.4 铂阳极:螺旋形(见图 2)。

2.4.5 原子吸收光谱仪,附铜空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——灵敏度:在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中,铜的特征浓度应不大于 0.022  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ;

——精密度: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 1.0%;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的标准溶液平均吸光度的 0.5%;

——工作曲线性:将工作曲线按浓度等分成 5 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。

## 2.5 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

## 2.6 分析步骤

### 2.6.1 试料

称取 2.000 g 试样(2.5),精确至 0.000 1 g。

### 2.6.2 测定次数

独立地进行二次测定,取其平均值。

### 2.6.3 空白实验

随同试料做空白试验(可不进行电解)。

### 2.6.4 测定

2.6.4.1 称取试样后,再放上铂阴极,称取试料与铂阴极的总质量。取出铂阴极,放入干燥器中。将试料(2.6.1)置于 250 mL 高型烧杯中,盖上表皿,加入 30 mL 硝酸(2.3.2)冷溶至反应近乎停止。

2.6.4.2 将烧杯(2.6.4.1)置于 80°C~90°C 下加热至试料完全溶解,继续加热彻底赶尽氮的氧化物,取下稍冷,用少量水洗涤杯壁及表皿,加入 3 mL 硝酸铅(2.3.5),以氯化铵溶液(2.3.6)稀释溶液体积约 150 mL。

2.6.4.3 向烧杯中(2.6.4.2)放入磁力搅拌棒,置于电解仪托盘上,开动搅拌装置,将溶液搅拌均匀并在搅拌下滴加 3 mL 高锰酸钾溶液(2.3.3),5 mL 硝酸锰溶液(2.3.4)。

2.6.4.4 将铂阳极和铂阴极安装在电解器上,使网部浸没在溶液中,用两块半片表皿盖上高型烧杯。

2.6.4.5 在阴极表面约为 2.0 A/dm<sup>2</sup> 的电流密度下进行搅拌电解至溶液呈无色,用水洗涤表皿、杯壁及电解杆,降低电流密度至 1.0 A/dm<sup>2</sup> 继续电解,如新浸没的电极部分无铜析出,表示已电解完全(约 1 h)。

2.6.4.6 不切断电源,慢慢地提升电极或降低烧杯,立即用两杯水依次淋洗电极,迅速取下铂阴极,并依次浸入两杯无水乙醇(2.3.1)中,立即放入 105°C 的恒温干燥箱中干燥 3 min~5 min,取出置于干燥器中冷却至室温。

2.6.4.7 以原天平称量电解沉积后的铂阴极(2.6.4.6)。

2.6.4.8 将电解析出铜后的溶液(2.6.4.5)及第一杯洗涤电极的水(2.6.4.6)低温蒸发至体积约为 80 mL,冷却。合并溶液并移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。若残铜大于 0.000 5 g 时,移取 25.00 mL 溶液(2.6.4.8),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

2.6.4.9 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处,与标准溶液系列同时,以水调零测

量试液的吸光度。所测吸光度减去随同试料的空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应铜的质量浓度。

2.6.5 工作曲线的绘制

2.6.5.1 移取 0 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL、12.50 mL 铜标准溶液(2.3.8),于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 硝酸(2.3.2),用水稀释至刻度,混匀。

2.6.5.2 在与试料溶液测定相同条件下,测量系列标准溶液的吸光度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度,以铜的质量浓度为横坐标、吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

2.7 分析结果的计算

按式(2)计算铜的质量分数  $w(\text{Cu})$ ,数值以%表示:

$$w(\text{Cu}) = \left[ 1 - \frac{(m_1 - m_2)}{m_0} + \frac{\rho \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \right] \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $m_1$ ——试料与铂阴极的总质量,单位为克(g);
- $m_2$ ——电解后铂阴极与沉积铜的总质量,单位为克(g);
- $\rho$ ——自工作曲线上查得的铜的质量浓度。单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );
- $V_0$ ——电解后残留铜溶液稀释总体积,单位为毫升(mL);
- $V_2$ ——分取部分残留铜溶液后稀释体积,单位为毫升(mL);
- $V_1$ ——分取部分残留铜溶液的体积,单位为毫升(mL);
- $m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后第二位。

2.8 精密度

2.8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测试值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%。

表 3 重复性限

铜的质量分数/%	98.00~99.90
重复性限( $r$ )/%	0.05
注:重复性限( $r$ )为 2.83 $S_r$ , $S_r$ 为重复性标准偏差。	

2.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值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%。

表 4 再现性限

铜的质量分数/%	98.00~99.90
再现性限( $R$ )/%	0.09
注:再现性限( $R$ )为 2.83 $S_R$ , $S_R$ 为再现性标准偏差。	

2.9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

3 方法三 电解-分光光度法

3.1 范围

本方法规定了铜及加工铜中铜含量的测定方法。

本方法适用于铜及加工铜中铜含量的测定。测定范围： $>99.00\% \sim 99.98\%$ 。

### 3.2 方法原理

试料用混合酸溶解，调整溶液体积后，于小电流进行电解。电解终止后，铂阴极用水和无水乙醇洗涤、干燥、冷却后称量。电解后的溶液用分光光度法测得残留的铜量给予补正后，求得铜的总量。

### 3.3 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。

3.3.1 无水乙醇。

3.3.2 硝酸(1+1)。

3.3.3 氨水(1+1)。

3.3.4 混合酸：7 单位体积硝酸( $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ )、10 单位体积硫酸( $\rho 1.84 \text{ g/mL}$ )与 25 单位体积水混匀，冷却。

3.3.5 混合酸：取 42 mL 混合酸(3.3.4)于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.3.6 柠檬酸铵溶液(500 g/L)

3.3.7 双环己酮草酰二胺(BCO)(1 g/L)：称取 BCO 0.5 g 于 300 mL 烧杯中，加入 50 mL 无水乙醇(3.3.1)，200 mL 温水溶解后移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.3.8 中性红乙醇溶液(1 g/L)。

3.3.9 铜标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 纯铜(铜的质量分数 $\geq 99.95\%$ )置于 150 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(3.3.2)，低温加热至溶解完全，煮沸除去氮的氧化物，以水洗涤表皿及杯壁，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 100  $\mu\text{g}$  铜。

3.3.10 铜标准溶液：移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液(3.3.9)置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  铜。

### 3.4 仪器

3.4.1 备有自动搅拌装置和精密支流电流表、电压表的电解器。

3.4.2 电热恒温干燥箱。

3.4.3 铂阴极：用直径约 0.2 mm 的铂丝，编制成每平方厘米约 36  $\mu\text{g}$  筛孔的网，制成网状圆筒形(见图 1)。

3.4.4 铂阳极：螺旋形(见图 2)。

3.4.5 分光光度计。

### 3.5 试样

3.5.1 厚度不大于 1 mm 的碎屑。

3.5.2 试样如已氧化，应称取需要量的试样置于烧杯中，加入 100 mL 冰乙酸(1+4)，加热煮沸 2 min~3 min，弃去溶液，试样以水冲至无酸味，再以无水乙醇(3.3.1)洗涤二次，取出，待无水乙醇挥发后立即置于 105℃左右的电热恒温干燥箱中干燥 3 min~5 min，取出，置于干燥器中待用。

### 3.6 分析步骤

#### 3.6.1 试料

称取 5.005~5.007 g 试样(3.5)，精确至 0.000 1 g。

#### 3.6.2 测定次数

独立地进行二次测定，取其平均值。

#### 3.6.3 测定

3.6.3.1 称取试样后，再放上铂阴极，称取试料与铂阴极的总质量。取出铂阴极，放入干燥器中，将试料(3.6.1)置于 250 mL 高型烧杯中，盖上表皿，沿杯口缓慢加入 42 mL 混合酸(3.3.4)冷溶至反应近乎停止。

3.6.3.2 将烧杯(3.6.3.1)于 80℃~90℃下加热至试料完全溶解，继续加热 1.5 h~2 h 以驱除氮的氧

化物,取下稍冷,以水洗涤杯壁及表皿并稀释溶液体积约 150 mL。放入磁力搅拌棒,将烧杯置于电解仪托盘上,开动搅拌装置,将溶液搅拌均匀后停止搅拌。

3.6.3.3 将铂阴极和铂阳极在电解仪上安装妥当并放入溶液中,使铂电极靠近烧杯底部,以两块半片表皿盖好高型烧杯。

3.6.3.4 在阴极表面约为  $0.6 \text{ A/dm}^2$  的电流密度下进行电解至溶液呈无色(约 17 h),用水洗涤两块半片表皿、杯壁及电解杆,降低电流密度至  $0.3 \text{ A/dm}^2$  继续电解至新被水浸没的电极杆不再沉积出铜时为止。

3.6.3.5 不切断电源,迅速取下高型烧杯并换以盛有约 180 mL 水的高型烧杯,继续电解 15 min。

3.6.3.6 立即提取出铂阴极并浸入另一盛满水的 250 mL 烧杯中,上下移动 3 次,关闭电源,取下电极,放入盛有无水乙醇的烧杯中,取出后立即放入  $105^\circ\text{C}$  电热恒温干燥箱中干燥 3 min~5 min,取出并置于干燥器中冷却至室温。

3.6.3.7 以原天平称量电解沉积后的铂阴极(3.6.3.6)。

3.6.3.8 按下述测定电解后溶液中的残留铜量。

3.6.3.8.1 空白试验

移取与试料溶液相同的混合酸(3.3.4)于 50 mL 容量瓶中,随同试料做空白试验。

3.6.3.8.2 将电解后的电解液和电解 15 min 的一杯水,置于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.6.3.8.3 移取 10.00 mL~20.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,加入 2 mL 柠檬酸铵溶液(3.3.6),以水稀释至 25 mL,加入 2 滴~3 滴中性红乙醇溶液(3.3.8),用氨水溶液(3.3.3)中和至红色溶液褪去并过量 1.0 mL。加入 8.0 mL 双环己酮草酰二脲溶液(3.3.7),以水稀释至刻度,混匀,静置 20 min。

3.6.3.8.4 将部分溶液移入 2 cm 吸收皿中,以随同试料的空白溶液为参比,于分光光度计波长 600 nm 处测量吸光度。从工作曲线上查出相应铜的质量。

3.6.3.9 工作曲线的绘制

3.6.3.9.1 移取 20.0 mL 混合酸(3.3.5)6 份,置于一组 50 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铜标准溶液(3.3.10),以下按 3.6.3.8.3 条中“加入 2 mL 柠檬酸铵溶液”起进行。

3.6.3.9.2 将部分溶液移入 2cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 600 nm 处测量吸光度,以铜的质量为横坐标、吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

3.7 分析结果的计算

按式(3)计算铜的质量分数  $w(\text{Cu})$ ,数值以%表示:

$$w(\text{Cu}) = \left[ 1 - \frac{(m_1 - m_2)}{m_0} + \frac{m_3 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \right] \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$m_1$ ——试料与铂阴极的总质量,单位为克(g);

$m_2$ ——电解后铂阴极与沉积铜的总质量,单位为克(g);

$m_3$ ——自工作曲线上查得铜的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_0$ ——电解后残留铜溶液稀释总体积,单位为毫升(mL);

$V_1$ ——分取残留铜溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后第二位。

3.8 精密度

3.8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测试值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%。

表 5 重复性限

铜的质量分数/%	99.00~99.98
重复性限( $r$ )/%	0.02
注: 重复性限( $r$ )为 $2.83 S_r$ , $S_r$ 为重复性标准偏差。	

### 3.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测试值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%。

表 6 再现性限

铜的质量分数/%	99.00~99.98
再现性限( $R$ )/%	0.02
注: 再现性限( $R$ )为 $2.83 S_R$ , $S_R$ 为再现性标准偏差。	

### 3.9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。



附 录 A  
(资料性附录)

本部分方法一章条编号与 ISO 1554:1976 章条编号对照

表 A.1 给出了本部分方法一章条编号与 ISO 1554:1976 章条编号对照一览表。

表 A.1 本部分方法一章条编号与 ISO 1554:1976 章条编号对照

本部分方法一章条编号	ISO 1554:1976 章条编号
1	1
2	3
3	4
4	5
5	6
6	7
7	8
8	—
9	—

附 录 B  
(资料性附录)

本部分方法一与 ISO 1554:1976 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本部分方法一与 ISO 1554:1976 的技术性差异及其原因的一览表。

表 B.1 本部分方法一与 ISO 1554:1976 技术性差异及其原因

本部分方法一的章条编号	技术性差异	原因
1.1	对标准的使用范围作了明确规定	针对我国产品标准
1.2	将原理改为方法提要并重新进行叙述	更加详细而具体
1.3	增加了过氧化氢、氯化铵溶液、硝酸铅溶液,去掉了硼酸和氨水	根据修改后的方法所需
1.6.1	称样量不同,本方法称 2.000 g,ISO 称 2.500 g	提高分析速度
1.6.4.4	电流密度不同,本方法 1.0 A/dm <sup>2</sup> ,ISO 0.6 A/dm <sup>2</sup>	提高分析速度
1.6.4.6	将中残余铜量的测定,纳入正文,并统一编号	提高实用性
1.6.4.7	测残余铜方法不同,本方法原子吸收光谱法,ISO 光度法	干扰小,速度快
1.7	分析结果的计算与表述清晰、明了	提高实用性
1.8	增加了再现性条款	标准规范要求
1.9	增加了质量保证条款	标准规范要求

附 录 C  
(资料性附录)

本部分方法三章条编号与 ISO 1553:1976 章条编号对照

表 C.1 给出了本部分方法三章条编号与 ISO 1553:1976 章条编号对照一览表。

表 C.1 本部分方法三章条编号与 ISO 1553:1976 章条编号对照

本部分方法三章条编号	ISO 1553:1976 章条编号
3.1	1
3.2	3
3.3	4、B.3
3.4	5、B.4
3.5	6
3.6	7、B.5
3.7	8
3.8	8.2
3.9	—

**附 录 D**  
(资料性附录)

**本部分方法三与 ISO 1553:1976 技术性差异及其原因**

表 D.1 给出了本部分方法三与 ISO 1553:1976 的技术性差异及其原因的一览表。

**表 D.1 本部分方法三与 ISO 1553:1976 技术性差异及其原因**

本部分方法三的章条编号	技术性差异	原因
3.1	对标准的使用范围上限作了规定	使标准更科学、严密
3.2	将原理改为方法提要并重新进行叙述	更加详细而具体
3.3	试剂统一编号	提高实用性
3.4	仪器统一编号,对电解器作了具体要求,增加了铂阴极、铂阳极示意图	规范要求,提高实用性
3.5	对试样进行了具体要求	更加规范而具体
3.6.3.8	将附录 B 电解液中残余铜量的测定,纳入正文,并统一编号	提高实用性
3.7	分析结果的计算与表述清晰、明了	提高实用性
3.8	增加了再现性条款	标准规范要求
3.9	增加了质量保证条款	标准规范要求

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
铜及铜合金化学分析方法  
第 1 部分:铜含量的测定  
GB/T 5121.1—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

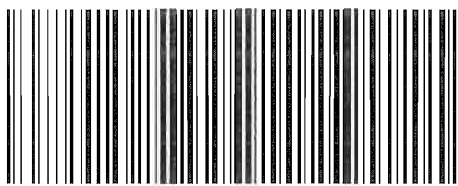
\*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 24 千字  
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷

\*

书号: 155066 · 1-33001

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)68533533



GB/T 5121.1-2008