

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
锆量的测定	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

铜及铜合金化学分析方法 钴量的测定

Copper and copper alloys—Determination of cobalt content

GB/T 5121.10—1996

代替 GB 8550.7—87

1 范围

本标准规定了铜及铜合金中钴含量的测定方法。

本标准适用于铜及铜合金中钴含量的测定。测定范围：0.020%~1.00%。

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

试料用硝酸和氢氟酸溶解。在硝酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 240.7 nm 处测量钴的吸光度。基体铜、镍和锰的干扰，在配制标准系列溶液时加入相应量的铜、镍和锰予以消除；铅、锌、铁等其他共存元素均不干扰测定。

4 试剂

4.1 纯铜。

4.2 纯镍($\text{Co} < 0.001\%$)。

4.3 纯锰。

4.4 氢氟酸($\rho 1.13 \text{ g/mL}$)。

4.5 硝酸(1+1)。

4.6 硼酸溶液(30 g/L)。

4.7 钴标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 纯钴置于 150 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(4.5)，加热溶解，煮沸除去氮的氧化物，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。

4.8 钴标准溶液：移取 20.00 mL 钴标准贮存溶液置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 200 μg 钴。

5 仪器

原子吸收光谱仪，附钴空心阴极灯。

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：在与测量溶液基体相一致的溶液中，钴的特征浓度应不大于 0.088 $\mu\text{g/mL}$ 。

精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差不得超过平均吸光度的 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 0.85。

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

钴含量, %	试料量, g	试液总体积, mL	分取试液体积, mL
0.020~0.10	1.000	—	全量
>0.10~0.40	1.000	100	25.00
>0.40~1.00	1.000	100	10.00

独立地进行二次测定,取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 15 mL 硝酸,2 滴氢氟酸,加热至试料完全溶解。加入 10 mL 硼酸溶液,混匀,冷却。

6.3.2 将溶液移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.3 当钴量大于 0.10% 时,按表 1 移取溶液(6.3.2)置于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.4 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 240.7 nm 处,与测量标准溶液系列同时,以水调零,测量试液的吸光度。减去试料空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的钴浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 称取相当于试料(6.1)中铜、镍量 10 倍的纯铜和纯镍(分析 BMn3-12 时再称取 1.25 g 纯锰)置于同一个 300 mL 烧杯中,加入 80 mL 硝酸,加热至完全溶解,煮沸除去氮的氧化物。移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00 mL 钴标准溶液分别置于一组 100 mL 容量瓶中,按钴含量加入溶液(6.4.1);钴量为 0.020%~0.10% 时,加 20.0 mL;钴量大于 0.10%~0.40% 时,加 5.0 mL;钴量大于 0.40%~1.00% 时,加 2.0 mL。然后加入 5 mL 硝酸,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.3 在与试料溶液测定相同的条件下,测量标准溶液的吸光度,减去标准溶液系列中“零”浓度溶液的吸光度,以钴浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算钴的百分含量:

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

式中: c ——自工作曲线上查得的试料溶液的钴浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V_0 ——试液总体积, mL;

V_2 ——分取试液稀释后的体积, mL;

V_1 ——分取试液的体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示至二位小数。若钴含量小于 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应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

钴 含 量	允 许 差
0.020~0.040	0.004
>0.040~0.080	0.008
>0.080~0.20	0.015
>0.20~0.50	0.03
>0.50~1.00	0.05

附录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

使用日立 508 型原子吸收光谱仪测定钴量的工作条件如表 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
240.7	10	入 0.18 出 0.18	12	6	1