

中华人民共和国国家标准

GB/T 5121.20—1996

铜及铜合金化学分析方法 锆量的测定

Copper and copper alloys—Determination of zirconium content

1 范围

本标准规定了铜及铜合金中锆含量的测定方法。

本标准适用于铜及铜合金中锆含量的测定。测定范围:0.10%~0.70%。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,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 7729—87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法提要

试料以盐酸、过氧化氢溶解,用高氯酸调整酸度,以二甲酚橙为显色剂,试料溶液加入 EDTA 掩蔽锆的溶液为参比,于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

4.2 高氯酸[$c(\text{HClO}_4)=5.0 \text{ mol/L}$]:移取 278 mL 高氯酸(ρ 1.54 g/mL),以水稀释至 500 mL,混匀。

4.3 过氧化氢(30%)。

4.4 乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液(10 g/L):称取 10 g 乙二胺四乙酸二钠($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于 400 mL 温水中,冷至室温,以水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.5 二甲酚橙溶液(1 g/L),贮存于棕色瓶中。

4.6 锆标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯锆置于铂皿中,加入 10 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL),1 mL 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL),加热至完全溶解,溶液蒸发至冒少量的三氧化硫烟,冷却后,沿着皿壁吹洗少量水,溶液摇匀,并重新蒸发至开始冒少量的三氧化硫烟。冷至室温,缓缓吹洗约 25 mL 水,混匀,冷至室温,移入 100 mL 塑料容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 锆。

4.7 锆标准溶液:移取 10.00 mL 锆标准贮存溶液于 500 mL 容量瓶中,加入 30 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20 μg 。

5 仪器

分光光度计。

国家技术监督局 1996-11-04 批准

1997-04-01 实施

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

锆含量, %	试料, g	分取试液体积, mL
0.10~0.35	0.300	5.00
>0.35~0.55	0.300	3.00
>0.55~0.70	0.200	3.00

独立地进行两次测定,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 将试料置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸,盖上表皿,在室温下,分多次滴加 5~10 mL 过氧化氢(每次约 4~5 滴),试料溶解完全后移至电炉上缓缓加热,蒸发至溶液体积约 5 mL,用水吹洗表皿及杯壁使溶液体积约 25 mL,加入 3 mL 盐酸,煮沸 2~3 min,冷至室温,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度(如有少量沉淀物用干滤纸过滤)。

6.3.2 按表 1 移取试液两份于 50 mL 容量瓶中,于其中一份加入 5 mL 乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)溶液,然后均加入 5 mL 高氯酸,混匀。加入 2.5 mL 二甲酚橙溶液,混匀,以水稀释至刻度,混匀,放置 30 min。

6.3.3 以一份加入乙二胺四乙酸二钠($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)的溶液作参比,用 1 cm 吸收皿,于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度。

6.3.4 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的锆量。

6.4 工作曲线的绘制

移取 0.050, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00 mL 锆标准溶液于一组 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 的高氯酸,混匀。加入 2.5 mL 二甲酚橙溶液,混匀。放置 30 min。用 1 cm 吸收皿,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度。以锆量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的表述

按式(1)计算锆的百分含量:

$$Zr(\%) = \frac{m_1 \cdot V_c \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的锆量, μg ;

V_c ——试液总体积, mL;

V_1 ——分取试液体积, mL;

m_0 ——试料的质量, g。

所得结果表示至两位小数。

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

铅 含 量	允 许 差
0.10~0.35	0.02
>0.35~0.55	0.03
>0.55~0.70	0.04