



中华人民共和国国家标准

GB/T 5121.4—2008

代替 GB/T 5121.4—1996, GB/T 13293.13—1991

铜及铜合金化学分析方法 第4部分：碳、硫含量的测定

Methods for chemical analysis of copper and copper alloys—
Part 4: Determination of carbon and sulfur content

(ISO 7266:1984, Copper and copper alloys—Determination of sulfur
content—Combustion titrimetric 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: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:锆含量的测定;
- 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 4 部分。

本部分包括方法一、方法二、方法三。硫的质量分数在 0.001 0%~0.002 0%仲裁时推荐采用方法二。硫的质量分数在 0.010%~0.030%仲裁时推荐采用方法一。

本部分方法三等同采用 ISO 7266:1984《铜和铜合金-硫量的测定-燃烧滴定法》,与原国际标准相比作了如下编辑性修改:

- 用小数点“.”代替在国际标准中作为小数点的逗号“,”;
- 用“本方法”代替“本国际标准”;
- 修改了国际标准中非法定计量单位;
- 将公式、章条号、表号进行重新编序;
- 删除了国际标准中封面、目次、前言和引言。

GB/T 5121.4—2008

本部分代替 GB/T 5121.4—1996《铜及铜合金化学分析方法 碳硫量的测定》和 GB/T 13293.13—1991《高纯阴极铜化学分析方法 燃烧-碘酸钾滴定法测定硫量》。

本部分与 GB/T 5121.4—1996 和 GB/T 13293.13—1991 相比主要有如下变动：

——方法一是对 GB/T 5121.4—1996 的修订，补充了质量保证和控制条款，增加了精密度条款；

——方法二是对 GB/T 13293.13—1991 的修订。测定范围由 0.000 4%~0.003 0% 修改为 0.000 4%~0.002 0%，补充了质量保证和控制条款，增加了精密度条款；

——增加了方法三：等同采用国际标准 ISO 7266:1984《铜和铜合金——硫量的测定——燃烧滴定法》。

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。

本部分方法一由中铝洛阳铜业有限公司起草。

本部分方法一由北京有色金属研究总院、北京矿冶研究总院参加起草。

本部分方法一主要起草人：张敏、岳好峰、关金光。

本部分方法一主要验证人：周海收、冯先进、宋晓力、徐晓艳。

本部分方法二由北京矿冶研究总院起草。

本部分方法二由甘肃西北铜加工有限责任公司、江西铜业集团有限公司参加起草。

本部分方法二主要起草人：冯先进、徐晓艳、黄月华。

本部分方法二主要验证人：赵义、刘建明、卢秋兰、占光仙。

本部分方法三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起草。

本部分方法三主要起草人：张敬华、李华昌、杨丽娟。

本部分方法三主要验证人：符斌、夏庆珠。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 5121.4—1996、GB/T 13293.13—1991。

铜及铜合金化学分析方法

第4部分：碳、硫含量的测定

1 方法一 高频红外吸收法

1.1 范围

本方法规定了铜及铜合金中碳、硫含量的测定方法。

本方法适用于铜及铜合金中碳、硫含量的测定。测定范围：碳 0.001 0%~0.20%；硫 0.001 0%~0.030%。

1.2 方法原理

试料在助熔剂和氧气流下，高频感应加热熔融，碳和硫分别生成二氧化碳、二氧化硫，载入红外线检测器。根据被测气体吸收特定波长的红外光能变化测出碳和硫的质量。

1.3 试剂与材料

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 丙酮。

1.3.3 氧气(>99.5%)。

1.3.4 氮气(>99.5%)。

1.3.5 碱石棉。

1.3.6 无水高氯酸镁。

1.3.7 镀铂硅胶。

1.3.8 玻璃棉。

1.3.9 纤维素。

1.3.10 钨锡型助熔剂：粒度约 400 μm ~800 μm 。

1.3.11 瓷坩埚($\phi \times h$: 25 mm \times 25 mm)：使用前在马弗炉中，于 1 200 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧至少 4 h，以降低并稳定空白。放冷至室温，储存于干燥器中待用。

1.3.12 铜及铜合金标准样品(碳的质量分数：0.002 6%~0.35%，硫的质量分数：0.002 6%~0.035%。)

1.4 仪器

1.4.1 高频加热红外线吸收仪：附电子交流稳压电源。

1.4.2 仪器应能达到下列指标：

——高频炉功率 1.0 kW~2.5 kW；

——频率大于 6.0 MHz；

——检测器灵敏度：0.000 1%。

1.5 试样

1.5.1 将样品制成 0.5 g~1.0 g 的小块或屑状样品。

1.5.2 试样需经丙酮清洗 1 次~2 次，冷风吹干，装入磨口瓶内备用。

1.6 分析步骤

1.6.1 试料

称取 0.4 g~1.1 g 试样(1.5)，精确至 0.001 g。

1.6.2 测定次数

独立地进行二次测定，取其平均值。