



中华人民共和国国家标准

GB/T 12689.4—2004
代替GB/T 12689.2—1990
GB/T 12689.9—1990

锌及锌合金化学分析方法 铜量的测定 二乙基二硫代氨基 甲酸铅分光光度法、火焰原子吸收光谱法 和电解法

The methods for chemical analysis of zinc and zinc alloys—
The determination of copper content—
The lead diethyldithio-carbamate spectrophotometric method and
the flame atomic absorption spectrometric method and
the electrolytic method

2004-04-30 发布

2004-10-01 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

本系列标准共有 12 部分,本部分为第 4 部分。

本部分采用三种化学分析方法测定锌及锌合金中的铜量。方法 1 是对 GB/T 12689.2—1990《锌及锌合金化学分析方法 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法测定铜量》的修订。方法 2 是对 GB/T 12689.9—1990《锌及锌合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铜量》中测定范围为 0.010%~1.00%的修订。方法 3 是对 GB/T 12689.9—1990《锌及锌合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铜量》中测定范围为 1.00%~6.00%的修订,并修改采用 ISO 1976-1975(1)《锌合金—铜含量的测定—电解法》,只对文本格式进行了修改。

本部分与 GB/T 12689.2—1990 和 GB/T 12689.9—1990 相比,主要有如下变动:

- 对文本格式进行了修改,补充了精密度、质量保证和控制条款;
- 方法 2 测定范围由 0.01%~6.0%修改为 0.010%~1.00%。
- 方法 3,铜含量在 1.00%~6.00%之间将火焰原子吸收光谱法修改为经典的电解法。

本部分代替 GB/T 12689.2—1990 和 GB/T 12689.9—1990。

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。

本部分由葫芦岛有色集团公司负责起草。

本部分由葫芦岛有色集团公司起草。

本部分方法 1 由白银公司西北铅锌冶炼厂、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂参加起草。

本部分方法 1 主要起草人:李飞、李成文、孙淑芳。

本部分方法 1 主要验证人:郭月芳、刘莹晶。

本部分方法 2 由白银公司西北铅锌冶炼厂、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂参加起草。

本部分方法 2 主要起草人:周伟、赵丹。

本部分方法 2 主要验证人:陈化玲、邓志辉。

本部分方法 3 由株洲冶炼集团公司、水口山有色金属公司参加起草。

本部分方法 3 主要起草人:冯志维、胡丽娜、李成文。

本部分方法 3 主要验证人:姜晴、周跃先。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 473—1976;
- GB/T 12689.2—1990。
- GB/T 12689.9—1990。

锌及锌合金化学分析方法

铜量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法、火焰原子吸收光谱法和电解法

方法 1 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法

1 范围

本部分规定了锌及锌合金中铜含量的测定方法。

本部分适用于锌及锌合金中铜含量的测定。测定范围:0.000 10%~0.010%。

2 方法原理

试料用硝酸溶解。在稀硝酸溶液中,用二乙基二硫代氨基甲酸铅三氯甲烷溶液萃取铜,于分光光度计波长 440 nm 处测量二乙基二硫代氨基甲酸铜黄色络合物的吸光度。

3 试剂

3.1 市售试剂

三氯甲烷。

3.2 溶液

3.2.1 硝酸(1+1),优级纯。

3.2.2 硝酸(1+10),优级纯。

3.2.3 氨水(1+2),优级纯。

3.2.4 蒸馏水:取 1 L 蒸馏水,煮沸 10 min,冷却至室温。

3.2.5 乙酸铅溶液:称取 0.1 g 乙酸铅溶于 100 mL 水(3.2.4)中。

3.2.6 硝酸钾溶液:称取 10 g 硝酸钾溶于 100 mL 水(3.2.4)中。

3.2.7 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液:称取 0.1 g 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶于 20 mL 水(3.2.4)中。

3.2.8 二乙基二硫代氨基甲酸铅三氯甲烷溶液:取 100 mL 乙酸铅溶液(3.2.5)、5 mL 硝酸钾溶液(3.2.6)、20 mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(3.2.7)于 1 000 mL 分液漏斗中,混匀,静置片刻,加入 250 mL 三氯甲烷(3.1),振荡至白色沉淀溶解。静置分层后,将有机相用干滤纸过滤于 500 mL 干燥的容量瓶中,用三氯甲烷(3.1)稀释至刻度,混匀。放阴凉处保存。

3.3 标准溶液

3.3.1 铜标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铜(>99.95%)置于 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.2.1),加热溶解,煮沸驱除氮的氧化物,取下冷却,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 μg 铜。

3.3.2 铜标准溶液:移取 25.00 mL 铜标准贮存溶液(3.3.1)置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μg 铜。

4 仪器

分光光度计。