

中华人民共和国国家标准

高纯阴极铜化学分析方法
塞曼效应电热原子吸收光谱法测定锡量

GB/T 13293.9—91

Higher purity copper cathode—
Determination of tin content—
Zeeman effect electrothermal atomic
absorption spectrometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了高纯阴极铜中锡含量的测定方法。

本标准适用于高纯阴极铜中锡含量的测定。测定范围:0.0001%~0.002%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

试料用硝酸溶解,将一定体积的试液注入电热原子化器中,用塞曼效应原子吸收光谱仪,于波长224.6 nm处,测量其吸光度。在标准溶液中含有与试液相同浓度的铜基体。

4 试剂

制备溶液和分析用水均为2次蒸馏水。实验所用器皿均用硝酸(4.5)浸泡12 h后用水彻底清洗。

4.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL),高纯。

4.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL),优级纯。

4.3 硝酸(1+1)。

4.4 硝酸(6+94)。

4.5 硝酸(1+19)。

4.6 硫酸(1+9)。

4.7 铜溶液(100 mg/mL):称取20.00 g金属铜(含铜>99.99%,含锡<0.00005%)置于400 mL烧杯中,分次加入160 mL硝酸(4.3),冷溶,待剧烈反应停止后,低温加热至完全溶解,煮沸驱除氮的氧化物,冷却至室温。移入200 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.8 锡标准贮存溶液:称取0.1000 g金属锡粒(>99.95%)置于150 mL烧杯中,加入5 mL硫酸(4.2),加热至完全溶解,冷却至室温。用硫酸(4.6)将溶液移入1000 mL容量瓶中,并用该酸稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100 μ g锡。

4.9 锡标准溶液:移取5.00 mL锡标准贮存溶液(4.8)于500 mL容量瓶中,用硝酸(4.4)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含1 μ g锡。

国家技术监督局1991-12-14批准

1992-10-01实施

GB/T 13293.9—91

5 仪器

原子吸收光谱仪,配有电热原子化器,附锡无极放电灯。

仪器配有塞曼效应背景校正装置。

仪器工作条件见附录 A(参考件)

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.001 g。

表 1

锡 含 量,%	试 料,g	稀释试液体积,mL
0.000 1~0.000 5	1.000	50
0.000 5~0.002 0	0.500	50

6.2 空白试验

用同批硝酸(4.3)同时溶解金属铜(含铜>99.99%,含锡<0.000 05%)和试料。以标准溶液系列的“零”浓度溶液作为试料空白。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 8 mL 硝酸(4.3),低温加热至完全溶解,煮沸驱除氮的氧化物,冷却至室温。按表 1 移入相应体积的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 根据仪器说明书推荐的条件,选择锡的电热原子化最佳参数和进样量。

6.3.3 将仪器调至最佳状态,并按所选的条件(6.3.2)调整电热原子化器。

6.3.4 用预定的加热程序空烧石墨管 2 次。

6.3.5 按预定进样量将试液(6.3.1)注入原子化器中,按预定程序进行原子化,并测量锡的吸光度。每份试液测量 2 次,取其平均值,减去试料空白溶液的平均吸光度,从工作曲线上查出相应的锡浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 分别移取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00 mL 锡标准溶液(4.9),置于一组 50 mL 容量瓶中,按试样量加入相应量铜溶液(4.7),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 在与测量试液相同的条件下,同时测量标准溶液系列的吸光度,每份标液测量 2 次,取其平均值,减去“零”浓度溶液的平均吸光度。以锡浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算锡的百分含量:

$$\text{Sn}(\%) = \frac{c \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中: c ——自工作曲线上查得的锡浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

V ——试液体积, mL;

m ——试料的质量, g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

GB/T 13293.9—91

表 2

%

锡 含 量	允 许 差
0.000 10~0.000 30	0.000 09
>0.000 30~0.000 60	0.000 18
>0.000 6~0.001 0	0.000 3
>0.001 0~0.002 0	0.000 4

GB/T 13293.9-91

附录 A
仪器工作条件
(参考件)

使用 PE-5100 型原子吸收光谱仪, ZHGA-600 型电热原子化器测定锡的参考工作条件见表 A1。

表 A1

元 素		Sn			
波长, nm		224.6			
光谱通带, nm		0.7			
无极放电灯功率, W		8			
石墨管		热解涂层加平台			
进样量, μL		20			
原子化程序	阶段	程序	温 度 ℃	时 间, s	
	干燥	1	90	斜坡升温	保 持
		2	120	5	20
	灰化	3	1 000	10	30
	原子化	4	2 500	20	40
	清除	5	2 650	0	5
	冷却	6	20	1	10
1				20	

注: ① 采用最大功率升温, 测量峰面积。

② 除原子化停气外, 其他程序氩气流量均为 300 mL/min。

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由北京矿冶研究总院负责起草。

本标准由北京矿冶研究总院起草。

本标准主要起草人高怀芳。