ICS 73.060
D 42

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3884.1～3884.10—2000

# 铜精矿化学分析方法

## Methods for chemical analysis of copper concentrates

2000-02-16 发布　　2000-08-01 实施

国家质量技术监督局　发布

# 前　言

本标准采用两种化学分析方法测定铜精矿中铜含量。

本标准的方法 1(即长碘量法)系非等效采用 ISO 10258:1994《硫化铜精矿中铜量的测定》的方法。非等效采用说明如下:a)本法测定范围为:13.00%～50.00%;ISO 10258:1994 的测定范围为:15.00%～50.00%;b)在分析技术上完全相同。

本标准的方法 2(即短碘量法)是对 GB/T 3884.1—1983《铜精矿化学分析方法　碘量法测定铜量》的重新确认,只进行了编辑性修改。

本标准遵守:

GB/T 1.1—1993　标准化工作导则　第 1 单元:标准的起草与表述规则　第 1 部分:标准编写的基本规定

GB/T 1.4—1988　标准化工作导则　化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978　冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 17433—1998　冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起代替 GB/T 3884.1—1983。

本标准中的附录 A 为提示的附录。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由大冶有色金属公司起草。

本标准主要起草人,方法 1:朱立中、王　旭、丁　红;方法 2:姚桂芳、袁功启、王　旭。

中华人民共和国国家标准

# 铜精矿化学分析方法 铜量的测定

GB/T 3884.1—2000

代替 GB/T 3884.1—1983

**Methods for chemical analysis of copper concentrates —Determination of copper content**

## 1 范围

本标准规定了铜精矿中铜含量测定的两种分析方法：长碘量法和短碘量法。

本标准适用于铜精矿中铜含量的测定。测定范围：13.00%～50.00%。

## 2 方法提要

### 2.1 方法 1(长碘量法)

试料经盐酸、硝酸和硫酸分解，在稀硫酸溶液中加入硫代硫酸钠以硫化铜状态从溶液中分离铜，使其从干扰元素中分离出来。沉淀用混合酸溶解。调节溶液的 pH 值为 3.0～4.0，用氟化氢铵掩蔽铁，加入碘化钾与二价铜作用，析出的碘以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。分离铜后的滤液采用原子吸收光谱法测定铜量。

### 2.2 方法 2(短碘量法)

试料经盐酸、硝酸分解后，用乙酸铵溶液调节溶液的 pH 值为 3.0～4.0，用氟化氢铵掩蔽铁，加入碘化钾与二价铜作用，析出的碘以淀粉为指示剂，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

## 3 试剂

3.1 碘化钾。

3.2 铜片(≥99.99%)：将铜片放入微沸的冰乙酸(3.16)中，微沸 1 min，取出后用水和无水乙醇分别冲洗二次以上，在 100℃烘箱中烘 4 min，冷却，置于磨口瓶中备用。

3.3 溴。

3.4 无水乙醇。

3.5 氟化氢铵。

3.6 盐酸($\rho$1.19 g/mL)。

3.7 硝酸($\rho$1.42 g/mL)。

3.8 硫酸($\rho$1.84 g/mL)。

3.9 高氯酸($\rho$1.67 g/mL)。

3.10 冰乙酸($\rho$1.05 g/mL)。

3.11 氨水($\rho$0.90 g/mL)。

3.12 硝酸(1+1)。

3.13 硫酸(1+1)。

3.14 硝硫混酸：将 700 mL 硝酸(3.7)和 300 mL 硫酸(3.8)混合。

国家质量技术监督局 2000-02-16 批准　　2000-08-01 实施

3.15 混合酸：将 1 500 mL 硝酸(3.7)与 500 mL 高氯酸(3.9)混合后，再加入 300 mL 硫酸(3.13)，充分混匀。

3.16 冰乙酸(1+3)。

3.17 氟化氢铵饱和溶液(贮存于聚乙烯瓶中)。

3.18 乙酸铵溶液(300 g/L)：称取 90 g 乙酸铵，置于 400 mL 烧杯中，加入 150 mL 水和 100 mL 冰乙酸，溶解后，用水稀释至 300 mL，混匀，此溶液 pH 为 5。

3.19 硫氰酸钾溶液(100 g/L)：称取 10 g 硫氰酸钾于 400 mL 烧杯中，加 100 mL 水溶解后(pH<7)，加入 2 g 碘化钾溶解后，加入 2 mL 淀粉溶液，滴加碘溶液(约 0.04 mol/L)至恰好呈蓝色，再用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至蓝色刚好消失。

3.20 淀粉溶液(5 g/L)。

3.21 三氯化铁(100 g/L)。

3.22 铜标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 铜片(3.2)，置于 500 mL 锥形烧杯中，缓慢加入 40 mL 硝酸(3.12)，盖上表皿，置于电热板上低温处，加热使其完全溶解，取下，用水洗涤表皿及杯壁，冷至室温。将溶液移入 500 mL 容量瓶中，用水洗涤烧杯，洗液并入容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 2.0 mg 铜。

3.23 铜标准溶液：移取 50.00 mL 铜标准贮存溶液于 1 000 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(3.12)用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铜。

3.24 硫代硫酸钠溶液(200 g/L)。

3.25 硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)=0.04$ mol/L]。

3.25.1 制备

称取 100 g 硫代硫酸钠($Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$)置于 1 000 mL 烧杯中，加入 500 mL 无水碳酸钠(4 g/L)溶液中，移入 10 L 棕色试剂瓶中。用煮沸并冷却的蒸馏水稀释至约 10 L，加入 10 mL 三氯甲烷，静置两周，使用时过滤，补加 1 mL 三氯甲烷，混匀，静置 2 h。

3.25.2 标定

移取三份 50.00 mL 铜标准贮存溶液于 500 mL 锥形烧杯中，加 5 mL 硝酸(3.7)，于电热板低温处蒸至溶液体积约 1 mL。取下稍冷，用约 30 mL 水吹洗杯壁，冷至室温。以下依方法 1、2 分别按 6.3.1.4 条、6.3.2.2 条进行标定。

按式(1)计算硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度：

$$c=\frac{c_0 \cdot V_1}{M \cdot V_2} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：$c$——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

$c_0$——铜标准贮存溶液的质量浓度，mg/mL；

$M$——铜的摩尔质量，g/mol；

$V_1$——移取铜标准贮存溶液的体积，mL；

$V_2$——标定时，滴定铜标准贮存溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL。

平行标定三份，其极差值不大于 $8\times10^{-5}$ mol/L 时，取其平均值，否则重新标定。

注：硫代硫酸钠标准滴定溶液每隔一周必须重新标定一次。

## 4 仪器

原子吸收光谱仪，附有铜空心阴极灯。

仪器的工作条件见附录 A(提示的附录)。

## 5 试样

5.1 样品粒度应不大于 0.082 mm。

5.2 样品应在 100～105℃烘 1 h 后置于干燥器中，冷至室温。

## 6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试料，精确至 0.000 1 g。

表 1

| 铜含量，% | 试料重，g |
|---|---|
| 13.00～25.00 | 0.40 |
| ＞25.00～50.00 | 0.20 |

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 方法 1(长碘量法)的测定

6.3.1.1 试料的处理

将试料(5.1)置于 500 mL 锥形烧杯中，用少量水润湿，加入 10 mL 盐酸，置于电热板上低温加热 3～5 min，取下稍冷。加入 15 mL 硝硫混酸(3.14)和 0.5 mL 溴，盖上表皿，摇匀，低温加热，待试料完全分解后，继续加热蒸干，冷却。

6.3.1.2 铜的分离

用 90 mL 水冲洗表皿及杯壁，加 10 mL 硫酸(3.13)置于电热板上煮沸，在搅拌下，慢慢加入 25 mL 硫代硫酸钠溶液(3.24)，煮沸 5 min，保温微沸直至沉淀物凝聚，趁热过滤，并用热水洗涤沉淀物三次以上，洗液与分离硫化铜滤液合并后用于原子吸收光谱仪测定铜量。

6.3.1.3 铜沉淀物的分解

将沉淀物和滤纸返回原烧杯中，加入 20 mL 混合酸(3.15)。加热分解沉淀和滤纸(若仍有碳、硫未被分解，可再适当加入混合酸，再加热至完全分解)。并冒烟至近干，冷却。

6.3.1.4 滴定

用 30 mL 水冲洗表皿及杯壁，盖上表皿，置于电热板上煮沸使可溶性盐类溶解，取下冷至室温。滴加氨水至沉淀物生成，然后滴加冰乙酸(3.16)至沉淀物消失，再过量 4 mL，加 3 mL 氟化氢铵饱和溶液，摇匀。加入 2～3 g 碘化钾摇动溶解，立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.25)滴定至浅黄色，加入 2 mL 淀粉溶液，继续滴定至浅蓝色，加入 5 mL 硫氰酸钾溶液，激烈摇振至蓝色加深。再滴定至蓝色刚好消失为终点。

6.3.1.5 滤液中铜量的测定

将分离铜后的滤液蒸至近干，取下冷却，加入 100 mL 水于电热板上煮沸，溶解可溶性盐类，取下冷却，移入 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，静置 2 h。

使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处，采用氘灯扣背景，与测定标准溶液系列同时以水调零，测量溶液的吸光度，减去试料的空白溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的铜浓度($c_1$)。

6.3.1.6 工作曲线的绘制。

6.3.1.6.1 移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 的铜标准溶液分别置于一组 200 mL 容量瓶中，加入 1.0 mL 硫酸(3.8)，用水稀释至刻度，混匀。

6.3.1.6.2 使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 324.7 nm 处，采用氘灯扣除背景，以水调零，测量溶液的吸光度，减去“零”浓度溶液的吸光度，以铜的浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

6.3.2 方法 2(短碘量法)的测定

6.3.2.1 试料的处理

将试料(6.1)置于 500 mL 锥形烧杯中，用少量水润湿，加入 10 mL 盐酸置于电热板上低温加热 3～5 min，取下稍冷，加入 5 mL 硝酸(3.8)和 5 mL 溴，盖上表皿，混匀，低温加热，待试料完全分解后，取下稍冷，用少量水洗涤表皿，继续加热蒸至近干，冷却。

注

1 若试料中硅含量较高时，需加入 0.5 g 氟化氢铵(3.5)。

2 若试料中碳含量较高时，需加 2 mL 硫酸(3.8)和 2～5 mL 高氯酸，加热溶解至无黑色残渣，并蒸干。

3 若试料中含硅、碳较高时，加 0.5 g 氟化氢铵(3.5)和 5～10 mL 高氯酸。

6.3.2.2 滴定

用 30 mL 水冲洗表皿及杯壁，盖上表皿，置于电热板上煮沸，使可溶性盐类完全溶解，取下冷至室温。滴加乙酸铵溶液至红色不再加深并过量 3～5 mL，然后滴加氟化氢铵饱和溶液(3.17)至红色消失并过量 1 mL，混匀。加入 2～3 g 碘化钾摇动溶解，立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液(3.25)，滴定至浅黄色，加入 2 mL 淀粉溶液，继续滴定至浅蓝色刚好消失即为终点。

注

1 若铁含量极少时，需补加 1 mL 三氯化铁溶液。

2 如铅、铋含量较高时，需提前加 2 mL 淀粉溶液。

## 7 分析结果的表述

### 7.1 方法 1(长碘量法)

按式(2)计算铜的百分含量：

$$\mathrm{Cu}(\%)=\frac{c(V_s-V_0)\times 0.063\ 55+m_1}{m_0}\times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

### 7.2 方法 2(短碘量法)

按式(3)计算铜百分含量。

$$\mathrm{Cu}(\%)=\frac{c(V_s-V_0)\times 0.063\ 55}{m_0}\times 100 \qquad \cdots\cdots(3)$$

上两式中：$c$——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

$V_s$——测定时，滴定试料溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

$V_0$——测定时，滴定空白试验溶液所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

$m_1$——分离铜后从滤液(6.3.1.5)中测得的铜量($m_1=c_1\times 200\times 10^{-3}$)，g；

$m_0$——试料的质量，g；

0.063 55——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(Na_2S_2O_3\cdot 5H_2O)=1.00$ mol/L]相当的质量，g/mol。

所得结果表示至二位小数。

## 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

%

| 铜 含 量 | 允 许 差 |
|---|---|
| 13.00～17.00 | 0.20 |
| >17.00～27.00 | 0.22 |
| >21.00～26.00 | 0.24 |
| >26.00～31.00 | 0.26 |
| >31.00～36.00 | 0.28 |
| >36.00～41.00 | 0.30 |
| >41.00～50.00 | 0.32 |

# 附 录 A
（提示的附录）
## 仪器工作条件

使用 PE-1100B 型原子吸收光谱仪测定铜量的工作条件如表 A1。

表 A1

| | |
|---|---|
| 波长，nm | 324.7 |
| 灯电流，mA | 7 |
| 燃烧器高度，mm | 5 |
| 光谱通带，nm | 0.7 |
| 空气流量，L/min | 9.0 |
| 乙炔流量，L/min | 2.2 |

中华人民共和国
国家标准
**铜精矿化学分析方法**
GB/T 3884.1～3884.10—2000
*
中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电　　话:68522112
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行　各地新华书店经售
**版权专有　不得翻印**
*
开本 880×1230　1/16　印张 4　字数 109 千字
2000年7月第一版　2000年7月第一次印刷
印数 1—1 500
*
书号:155066·1-16772　定价 28.00 元
*
标 目　413—18