

ICS 77.120.99  
H 13



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.1—2000

---

## 锡化学分析方法 铜量的测定

Methods for chemical analysis of tin—  
Determination of copper content

2000-08-28 发布

2000-12-01 实施

---

国家质量技术监督局 发布

## 前 言

本标准是对 GB/T 3260.1—1982《锡化学分析方法 新铜试剂光度法测定铜》的修订。修订的主要内容是：

将三氯甲烷萃取有机相光度测定改为水相显色直接光度测定；

称样量由 0.5~1 g 改为 0.5~2 g,并规定了不同含铜量时的取样量及试液分取量；

吸收皿由 2 cm 改为 3 cm；

显色前增加 0.5 mL 硫脲溶液(50 g/L)；

盐酸羟胺溶液,新铜试剂溶液,由 5 mL 改为 3 mL。

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 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

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,同时代替 GB/T 3260.1—1982。

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。

本标准由云南锡业公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由云南锡业公司研究设计院起草。

本标准主要起草人:白家源、杨伯康。

# 中华人民共和国国家标准

## 锡化学分析方法 铜量的测定

GB/T 3260.1—2000

### Methods for chemical analysis of tin— Determination of copper content

代替 GB/T 3260.1—1982

#### 1 范围

本标准规定了锡中铜含量的测定方法。

本标准适用于锡中铜含量的测定。测定范围:0.000 30%~0.10%。

#### 2 方法提要

试料用盐酸及过氧化氢溶解,于 pH5~7 用盐酸羟胺将铜(II)还原成铜(I)与新铜试剂形成黄色络合物,于分光光度计波长 460 nm 处直接测量水相吸光度。

加入柠檬酸铵以防止锡及其他金属离子的水解,加入硫脲防止银形成氯化银沉淀,锡及其中的共存元素不干扰测定。

#### 3 试剂

3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.2 过氧化氢(30%)。

3.3 盐酸(1+19)。

3.4 氨水(2+1)。

3.5 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

3.6 硫脲溶液(50 g/L)。

3.7 柠檬酸铵溶液(500 g/L)。

3.8 2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲(新铜试剂)溶液(1 g/L);称取 0.1 g 新铜试剂用 100 mL 无水乙醇溶解。

3.9 铜标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铜( $\geq$ 99.99%)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸(3.1),盖上表皿,加入 1 mL 过氧化氢,加热至完全溶解并煮沸驱除游离氯,稍冷,用水吹洗表皿及杯壁,冷却后,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  $\mu$ g 铜。

3.10 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 2 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 5  $\mu$ g 铜。

#### 4 分析步骤

##### 4.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。