

ICS 77.150.30
H 62



中华人民共和国国家标准

GB/T 26046—2010

氧化铜粉

Copper oxide powder

2011-01-10 发布

2011-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。
本标准由中国有色金属工业协会提出。
本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。
本标准起草单位:大冶有色金属公司。
本标准主要起草人:王敏、袁功启、张永红、刘坤。

氧化铜粉

1 范围

本标准规定了氧化铜粉的要求、试验方法、检验规则及包装、标志、运输、贮存和质量证明书以及合同(或订货单)内容等。

本标准适用于铜粉氧化法、碳酸氢铵-氨水亚铜浸出法和可溶铜加碱合成法所生产的氧化铜粉,一般用于制造玻璃、搪瓷、陶瓷等的着色剂和磁性材料的原料,还用于制造烟火、染料、触媒、其他铜盐以及人造丝工业和电镀行业等。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 8710 数值修约规则与极限数值的表示与判定

JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

3 要求

3.1 分类

氧化铜粉按化学成分和细度分为三个牌号:CuO990、CuO985、CuO980。

3.2 化学成分

氧化铜粉的化学成分应符合表1的规定。

表1 氧化铜粉的化学成分

%

名称	CuO990	CuO985	CuO980
氧化铜(CuO)	≥99.0	≥98.5	≥98.0
盐酸不溶物	≤0.05	≤0.10	≤0.15
氯化物(Cl)	≤0.005	≤0.010	≤0.015
硫化物(以SO ₄ ²⁻ 计)	≤0.01	≤0.05	≤0.1
铁(Fe)	≤0.01	≤0.04	≤0.1
总氮量(N)	≤0.005	—	—
水溶物	≤0.01	≤0.05	≤0.1

3.3 细度

牌号CuO990的细度[200目(74 μm)筛残余]≤1%;牌号CuO985和CuO980的细度[100目

(150 μm)筛残余] $\leq 1\%$ 。

3.4 外观质量

产品应为黑色粉末,纯净无凝块,无肉眼可见夹杂物。

4 试验方法

4.1 氧化铜粉的化学成分的测定参考附录 A~附录 G 或者双方协商确定的方法进行。

4.2 氧化铜粉的细度测定按附录 H 或者双方协商确定的方法进行。

4.3 氧化铜粉的外观质量用目视检查。

5 检验规则

5.1 检查与验收

5.1.1 产品应由供方技术检验部门进行检验,保证产品质量符合本标准或合同(或订货单)的要求,每批产品都附有质量证明书。

5.1.2 需方应对收到的氧化铜粉进行检验。如检验结果与本标准或合同(或订货单)的规定不符合时,应在收到产品之日起 30 天内向供方提出,由双方协商解决。如需仲裁,仲裁取样在需方由供需双方共同进行。

5.2 组批

氧化铜粉应成批提交验收,每批应由同一生产周期、同一批原料生产的同一牌号的产品组成,每个批次不超过 1 000 kg。

5.3 检验项目

每批氧化铜粉应进行化学成分、细度和外观质量的检验。

5.4 取、制样

氧化铜粉化学成分和细度的取、制样按 GB/T 6679 的规定进行。外观质量的检验逐(袋)桶进行。

5.5 检验结果的判定

5.5.1 检验结果的数值修约和判定按 GB/T 8170 中的规定进行。

5.5.2 化学成分及细度检验结果与本标准或合同(或订货单)不符时,应从同批产品取双倍量样品进行复验,复验仍有不合格,判该批产品不合格。

5.5.3 外观质量与本标准或合同(或订货单)不符时,按桶(袋)判不合格。

6 包装、标志、运输、贮存和质量证明书

6.1 包装

氧化铜粉用桶包装,内衬塑料袋烫封。每桶净重 25 kg 或 50 kg 两种规格。也可用复合纸袋包装,采用复合编织袋内衬一层烤铝箔纸真空包装,每袋净重 25 kg 或 50 kg 两种规格。定量包装产品净含量符合 JJF 1070 的规定,需方如有特殊要求,由供需双方商定。

6.2 标志

包装桶(袋)上应注明:生产厂名称、产品名称、等级、净重、批号、包装日期和其他有关标志。

6.3 运输和贮存

氧化铜粉运输和贮存应防止受潮和日晒。装运时防止包装破损。在符合本标准的运输和贮存条件下,生产厂应保证从包装日期起三个月内氧化铜粉质量符合本标准要求。每批氧化铜粉出厂时应附有产品质量证明书。

6.4 质量证明书

每批氧化铜粉出厂时应附有质量证明书,其上应注明:

- a) 供方名称及厂址;
- b) 产品名称和规格;
- c) 批号;
- d) 件数;
- e) 分析检验结果和技术监督部门印记;
- f) 本标准编号;
- g) 出厂日期。

7 合同(或订货单)内容

本标准所列材料的合同(或订货单)内应包括下列内容:

- a) 产品名称;
- b) 产品牌号;
- c) 化学成分、细度等特殊要求;
- d) 产品数量;
- e) 本标准编号;
- f) 其他。

附录 A
(资料性附录)
氧化铜量的测定 碘量法

A.1 范围

本方法适用于氧化铜中氧化铜含量的测定。测定范围:95%~99.5%。

A.2 方法提要

试样用硝酸溶解,用氨水和冰乙酸调节溶液的 pH 值为 3~4,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,用硫代硫酸钠标准溶液滴定。

A.3 试剂和材料

A.3.1 碘化钾(固体)。

A.3.2 氟化氢铵饱和溶液:贮存于聚乙烯瓶中。

A.3.3 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

A.3.4 冰乙酸(ρ 1.05 g/mL)。

A.3.5 硝酸(1+2)。

A.3.6 硫氰酸钾溶液(200 g/mL)。

A.3.7 淀粉溶液(5 g/L)。

A.3.8 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})=0.1 \text{ mol/L}$]。

A.3.8.1 制备:称取 250 g 硫代硫酸钠($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)置于 1 000 mL 烧杯中,加入 2 g 无水碳酸钠溶于约 500 mL 的水中,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 1 mL 三氯甲烷,充分摇动,静置两周,使用时过滤,补加 1 mL 三氯甲烷,混匀,静置 2 h。

A.3.8.2 标定:称取 0.3 g(精确至 0.000 1 g)处理过的电铜片($\geq 99.95\%$)三份。以下按 A.5.3.1~A.5.3.2 条与试料测定同时进行。

按式(A.1)计算硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度:

$$c = \frac{m \cdot W \times 1\,000}{M \cdot V} \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

式中:

c ——标准滴定溶液的实际浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

W ——电铜片的质量,单位为克(g);

M ——铜的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{Cu})=63.5$];

V ——滴定电铜片所消耗标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

平行标定三份,测定结果保留四位有效数字,其极差值不大于 $8 \times 10^{-5} \text{ mol/L}$ 时,取其平均值,否则重新标定。标准滴定溶液每隔一周必须重新标定一次。

注:电解片的处理。将电解片放入微沸的冰乙酸(1+4)中微沸 1 min,取出后用水和无水乙醇分别冲洗两次。在 100 °C 烘箱中烘 4 min,冷却,置于磨口试剂瓶中备用。

A.4 仪器

滴定管(50 mL, 胖肚滴定管)。

A.5 分析步骤

A.5.1 试料

称取 0.37 g 试样, 精确至 0.000 1 g。独立地进行两次测定, 取其平均值。

A.5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

A.5.3 测定

A.5.3.1 将试料(A.5.1)置于 500 mL 锥形烧杯中, 缓慢加入 15 mL 硝酸(A.3.5), 盖上表皿, 待剧烈反应停止后, 置于电热板上低温处, 加热使其完全溶解并蒸至近干。取下, 用水洗涤烧杯及杯壁, 加热溶解, 冷至室温。

A.5.3.2 用氨水(A.3.3)中和至氢氧化铜沉淀生成, 加入 3 mL 冰乙酸(A.3.4), 1 mL 氟化氢铵饱和溶液(A.3.2), 用水冲洗杯壁, 混匀。加入约 3 g 碘化钾, 立即用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。当溶液呈淡黄色时, 加入 5 mL 淀粉溶液, 继续滴定至溶液呈淡蓝色。加入 5 mL 硫氰酸钾溶液(A.3.6), 摇动, 待吸附的碘释放后, 继续滴定至淡蓝色消失即为终点。

A.6 分析结果的计算

按公式(A.2)计算氧化铜的含量, 以质量分数 w_{CuO} 计, 数值以%表示:

$$w_{\text{CuO}} = \frac{c \cdot (V_1 - V_2) \cdot M}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

c —— 硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 —— 试验溶液消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

V_2 —— 空白试验消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL);

M —— 氧化铜的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{CuO}) = 79.55$];

m —— 试样质量, 单位为克(g)。

A.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 A.1 所列允许差。

表 A.1 允许差

$w_{\text{CuO}}/\%$	允许差/%
95~98	0.25
98~99.5	0.20

附录 B
(资料性附录)
盐酸不溶物含量测定 重量法

B.1 范围

本方法适用于氧化铜中盐酸不溶物含量的测定。测定范围:0.05%~1.00%。

B.2 方法提要

用少量盐酸溶解试样,过滤洗涤不溶物,干燥至恒重。

B.3 试剂和材料

B.3.1 盐酸(1+4)。

B.3.2 4号玻璃砂坩埚;滤板孔径为5 μm~15 μm。

B.4 分析步骤

称取5.00 g试样,精确至0.000 1 g,置于250 mL烧杯中,少量水润湿,加入40 mL盐酸溶液,加热溶解。用已在105℃±2℃的电烘箱中干燥至恒重的4号玻璃砂坩埚过滤,用热水洗涤滤渣至洗液无色,移入烘箱在105℃±2℃下干燥至恒重。

B.5 分析结果的计算

按式(B.1)计算盐酸不溶物的含量,以质量分数 $w_{\text{盐酸不溶物}}$ 计,数值以%表示:

$$w_{\text{盐酸不溶物}} = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{B.1})$$

式中:

m_1 ——干燥后玻璃砂坩埚和不溶物质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

B.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 B.1 所列允许差。

表 B.1 允许差

w (盐酸不挥发)/%	允许差/%
0.05~0.10	0.01
0.10~0.50	0.05
0.50~1.00	0.10

附录 C
(资料性附录)

氯化物含量测定 电位滴定法

C.1 范围

本方法适用于氧化铜中氯化物含量的测定。测定范围:0.001%~0.50%。

C.2 方法提要

用稀硝酸溶解试料,过滤洗涤不溶物,将清亮滤液用电位滴定仪测定。

C.3 试剂

C.3.1 硝酸($\rho=1.42\text{ g/mL}$),优级纯。

C.3.2 硝酸(1+1)。

C.3.3 银标准溶液:称取 1.000 0 g 金属银($\text{Ag}\geq 99.99\%$)置于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 硝酸溶液(C.3.2),盖上表面皿,加热至完全溶解,赶尽氮的氧化物,取下,冷却至室温。用水稀释至刻度。混匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 银。避光保存。

C.4 仪器、设备

C.4.1 自动电位滴定仪。

C.4.2 DM141-SC 银离子测定复合电极。

C.5 分析步骤

称取适量试样(CuO990 约 2 g, CuO985 和 CuO980 约 1 g),精确至 0.000 1 g,置于 100 mL 烧杯中,加入少许水润湿,加入 20 mL 硝酸溶液(C.3.2),盖上表皿,低温溶解,赶尽氮的氧化物,取下,冷却至室温。用水冲洗表面皿及烧杯壁,加水至总体积为 50 mL。若溶液混浊,则干过滤于 100 mL 烧杯中,用水洗涤原烧杯及滤纸各 3~4 次,至总滤液体积为 50 mL~60 mL。

连接好电极,设置分析程序,以银标准溶液为滴定剂,于电位滴定仪上测定溶液中 Cl^- 的含量。与试样分析同时做空白试验。

C.6 分析结果的计算

按式(C.1)计算氯化物含量,以氯(Cl^-)的质量分数 w_{Cl^-} 计,数值以%表示:

$$w_{\text{Cl}^-} = \frac{c \cdot (V - V_0) \cdot M \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{C.1})$$

式中:

V —— 滴定中消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验中消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氯(Cl^-)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

C.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 C.1 所列允许差。

表 C.1 允许差

$w_{\text{Cl}^-}/\%$	允许差/%
0.001~0.05	0.005
0.05~0.10	0.01
0.10~0.50	0.05

附录 D

(资料性附录)

硫化物含量测定 硫酸钡比浊法

D.1 范围

本方法适用于氧化铜中硫化物含量的测定。测定范围： $\leq 0.50\%$ 。

D.2 方法提要

用盐酸溶解试样，用氯化钡与硫化物反应生成硫酸钡结晶体，比浊确定含量。

D.3 试剂和材料

D.3.1 盐酸：6 mol/L。

D.3.2 盐酸：3 mol/L。

D.3.3 溴素：饱和溴水。

D.3.4 氯化钡溶液：100 g/L，过滤后使用。

D.3.5 不含硫化物的氯化铜溶液

称取 2 g 氧化铜以少量水润湿，加 6 mL 盐酸，10 mL 饱和溴水，在水浴上蒸干。残渣溶于水，稀释至 100 mL，加 1 mL 盐酸(D.3.1)，煮沸，加 5 mL 氯化钡溶液，放置澄清后，过滤，稀释至 250 mL。

D.3.6 硫酸根(SO_4^{2-})标准贮存溶液(1 mg/mL)：选用硫酸钠标准物质，取适量置于瓷坩埚中，600 °C 下灼烧 4 h，冷却后，置于干燥器保存备用。准确称取 1.478 7 g 上述硫酸钠于 200 mL 高型烧杯中，用水溶解后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

D.3.7 硫酸根(SO_4^{2-})标准溶液(0.1 mg/mL)：准确移取 10.00 mL 硫酸盐(SO_4^{2-})标准贮存溶液，置于 100 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，混匀，即可使用。

D.4 分析步骤

称取 1.0 g 试样，精确至 0.000 1 g，于 250 mL 烧杯中，用少量润湿，加 10 mL 盐酸(D.3.1)，加入 2.5 mL 饱和溴水，缓慢加热直至试样完全溶解。并低温蒸干。加水溶解(必要时过滤)，稀释至 50 mL。取溶液 25 mL，于 50 mL 比色管中，加 1 mL 盐酸(D.3.2)，于 30 °C~35 °C 水浴中保温 10 min，加 3 mL 氯化钡溶液，加水至 35 mL，摇匀，放置 30 min。所呈浊度与标准进行比较。

与试样分析同时进行标准分析：分别取 25 mL 不含硫化物的氯化铜溶液于一组 50 mL 比色管中，加入 0.8 mL 盐酸(D.3.2)，于 30 °C~35 °C 水浴中保温 10 min，分别加入 0.5 mL、2.5 mL、5.0 mL 硫酸根标准溶液，加 3 mL 氯化钡溶液(D.3.4)，用水补充溶液体积至 35 mL，摇匀，放置 30 min。

D.5 结果比对

根据与标准溶液的浊度比对，判定样品牌号。

附录 E
(资料性附录)
总氮含量测定 滴定法

E.1 范围

本方法适用于氧化铜中总氮含量的测定。测定范围:0.001%~0.50%。

E.2 方法提要

试样经硫酸加热溶解,硫酸将氮还原为氨,而氨则与硫酸结合成硫酸铵溶液中,加入 NaOH,并蒸馏,使 NH₃ 溢出,用 H₃BO₃ 吸收后,用已知摩尔浓度的酸滴定,测出样品全氮含量。

E.3 试剂和材料

E.3.1 硫酸(H₂SO₄):(6 mol/L,无氮)。

E.3.2 氢氧化钠(NaOH):称取 40 g 氢氧化钠,溶于 100 mL 蒸馏水中,配成 40%氢氧化钠溶液(m/V)。

E.3.3 硼酸溶液(H₃BO₃):称取 2 g 硼酸,溶于 100 mL 蒸馏水中,配成 2%硼酸溶液(m/V)。

E.3.4 混合指示剂:甲基红溶于乙醇配成 0.1%乙醇溶液,溴甲酚绿溶于乙醇配成 0.5%乙醇溶液,二种溶液等体积混合,阴凉处保存(保存期三个月以内)。

E.3.5 盐酸标准滴定溶液(HCl):0.05 mol/L 标准液,移取 4.2 ml 浓盐酸,注入 1 000 mL 水中,摇匀,标定后使用。

标定:称取 0.08 g 碳酸钠标准物质,精确至 0.000 1 g,于 250 mL 锥形瓶中,溶于 50 mL 水,加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂,用配制好的盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色,煮沸 2 min,冷却后继续滴定至溶液再呈暗红色为终点。计算盐酸标准滴定溶液的实际浓度。

E.4 仪器、设备

KDN—102C 型自动定氮仪。

E.5 分析步骤**E.5.1 试料**

称取 5.00 g 试样,精确至 0.000 1 g。

E.5.2 空白试验

随同试料作空白试验。

E.5.3 试样溶解

将试料(E.5.1)放入 500 mL 烧杯中,加少量水润湿,加入 20 mL 硫酸(E.3.1),加热溶解,冷却,稀释至 140 mL,置于定氮仪中。

E.5.4 蒸馏

E.5.4.1 蒸馏前准备

- a) 接通进水口、排水口、注意排水胶管出水口，不得高于仪器底平面，同时关闭排水阀门；
- b) 接通电源；
- c) 进液胶管分别插入蒸馏水筒和 40%NaOH 溶液筒(自备)。

E.5.4.2 蒸馏操作

- a) 开自来水给水龙头，使自来水经过给水口进入冷凝管。
- b) 开总电源开关，待红色指示灯亮，按一下汽按钮待蒸汽导出管放出蒸汽，按清除按钮停止加热。
- c) 在蒸馏导出管托架上，放上已经加入适量(15 mL 左右)的接收液(硼酸和混合指示剂)的锥形瓶。抬起锥形瓶托架使蒸馏导出管的末端浸入接收液内。
- d) 在消化完全冷却后的消化管内，逐个加 10 mL 左右蒸馏水稀释样品，如微量蒸馏，需将冷却后的消化液移至定容瓶内定容，然后按需移液至消化管内。
- e) 向下压左侧手柄，将消化管套在防溅管密封圈上，稍加旋转使其保持接口密封，拉下防护罩。
- f) 加碱：按下碱液按钮，NaOH 溶液量必须至蒸馏液碱性颜色变黑为止。(注意：如仪器连续数天停止使用，必须先吸空胶管和碱泵内的碱液，然后用 10%的硼酸溶液过滤胶管和碱泵；再用蒸馏水过滤一次即可)。
- g) 按下蒸汽按钮，开始蒸馏，到时或到量时自动停止。(全量蒸馏接收液体积约为 150 mL；微量蒸馏接收液体积约为 100 mL)。用洗瓶将蒸馏水冲洗接收管。取下锥形瓶。

E.5.5 滴定

吸收氨后的吸收液，用标定后的盐酸溶液进行滴定，溶液由蓝绿色变为灰紫色为终点。

E.6 分析结果的计算

按式(E.1)计算总氮含量，以氮(N)的质量分数 w_N 计，数值以%表示：

$$w_N = \frac{(V_1 - V_0) \cdot c \cdot 14}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (E.1)$$

式中：

- V_1 ——滴定试样时消耗酸标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- V_0 ——滴定空白时消耗酸标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- c ——酸标准溶液的实际摩尔浓度，单位为克每摩尔(mol/L)；
- m ——试样重量，单位为克(g)；
- 14——氮的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)。

平行测定的结果用算术平均值表示，保留小数后二位。

E.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 E.1 所列允许差。

表 E.1 允许差

$w_N / \%$	允许差 / %
0.001~0.05	0.005
0.05~0.10	0.01
0.10~0.50	0.05

附录 F

(资料性附录)

铁含量的测定 火焰原子吸收光谱法

F.1 范围

本方法适用于氧化铜中铁含量的测定。测定范围:0.001%~0.3%。

F.2 方法提要

用硝酸溶解试样,于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处,测量溶液的吸光度,减去试样空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铁浓度。

F.3 试剂

F.3.1 硝酸($\rho=1.19$ g/mL)。

F.3.2 硝酸(1+1)。

F.3.3 硝酸(1+3)。

F.3.4 铁标准溶液:称取 0.100 0 g 金属铁($\geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(F.3.3),加热至溶解完全,煮沸除去氮的氧化物,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀至刻度混匀,此溶液 1 mL 含铁 0.1 mg。

F.4 仪器、设备

原子吸收光谱仪,附铁空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用。

——灵敏度:在与测量试样溶液的基体相一致的溶液中,铁的特征浓度应不大于 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 。

——精密度:用最高浓度标准测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%,用最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

——工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成五段,最高段的吸光度差值与最低段吸光度差值之比不小于 0.8。

仪器参考工作条件:光源:铁空心阴极灯;波长:248.3 nm;火焰:空气-乙炔。

F.5 分析步骤

F.5.1 称取 0.50 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中(随同试样做空白实验),用少量水润湿,加入 10 mL 硝酸溶液(F.3.2)低温溶解,取下冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

F.5.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处,与标准溶液系列同时,以水调零测量溶液的吸光度,减去试样空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铁浓度。

F.5.3 工作曲线的绘制

F.5.3.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铁标准溶液(F.3.4),分别置于 一组 100 mL 容量瓶中,加入 10.0 mL 硝酸(F.3.2),用水稀释至刻度,混匀。

F.5.3.2 与测定试验溶液相同条件下,测定系列标准溶液的吸光度。以铁浓度为横坐标,吸光度为纵 坐标绘制工作曲线。

F.6 分析结果的计算与表述

按式(F.1)计算铁含量,以质量分数 w_{Fe} 计,数值以%表示:

$$w_{Fe} = \frac{\rho \cdot V \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(F.1)$$

式中:

ρ ——自工作曲线上查得的铁浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试液体积的数值,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

F.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 F.1 所列允许差。

表 F.1 允许差

$w_{Fe}/\%$	允许差/%
0.001~0.05	0.005
0.05~0.10	0.01
0.10~0.30	0.05

附录 G
(资料性附录)
水溶物含量测定 重量法

G.1 范围

本方法适用于氧化铜中水溶物含量的测定。测定范围:0.001%~0.50%。

G.2 方法提要

用适量水溶解试样,过滤洗涤不溶物,干燥至恒重。

G.3 仪器

G.3.1 4号玻璃砂坩埚:滤板孔径为5 μm~15 μm。

G.4 分析步骤

称取3.00 g试样,精确至0.000 1 g,置于350 mL锥型烧杯中,加入150 mL热水中搅拌1 h,用已在105 ℃±2 ℃的电烘箱中干燥至恒重的4号玻璃滤坩过滤,用热水洗涤滤渣至洗液无色,于105 ℃±2 ℃的电烘箱中干燥至恒重。

G.5 分析结果的计算

按式(G.1)计算水溶物的含量,以质量分数 $w_{\text{水溶物}}$ 计,数值以%表示:

$$w_{\text{水溶物}} = \frac{m_0 - (m_1 - m_2)}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (G.1)$$

式中:

m_1 ——干燥后玻璃砂坩埚和不溶物质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

G.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 G.1 所列允许差。

表 G.1 允许差

$w_{\text{水溶物}}/\%$	允许差/%
0.001~0.05	0.005
0.05~0.10	0.01
0.10~0.50	0.05

附录 H
(资料性附录)
细度测定

H.1 范围

本方法适用于氧化铜中细度的测定。测定范围:残余 $\leq 1.00\%$ 。

H.2 方法提要

将试样通过试验筛,称量其剩余物。

H.3 仪器、设备

H.3.1 孔径 0.150 mm 标准筛 一套(附筛盖和底盘);

H.3.2 孔径 0.074 mm 标准筛 一套(附筛盖和底盘);

H.3.3 电子天平,感量 0.01 g;

H.3.4 振荡器,能垂直和水平振荡。

H.4 测定方法

H.4.1 CuO990 测定方法

将孔径为 0.074 mm 的筛子和底盘叠好,称量约 20 g 试样,精确到 0.01 g,置于筛上,盖好筛盖,置于振荡器上,夹紧,振荡 5 min,将未通过 0.074 mm 标准筛子试样称量,夹在筛孔中的颗粒作不通过此孔径部分计量。

H.4.2 CuO985 和 CuO980 测定方法

将孔径为 0.150 mm 的筛子和底盘叠好,称量约 20 g 试样,精确到 0.01 g,置于筛上,盖好筛盖,置于振荡器上,夹紧,振荡 3 min,将未通过 0.150 mm 标准筛子试样称量,夹在筛孔中的颗粒作不通过此孔径部分计量。

H.5 分析结果的计算

按式(H.1)计算细度,以筛余物的质量分数 $w_{\text{筛余物}}$ 计,数值以%表示:

$$w_{\text{筛余物}} = \frac{m}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(\text{H.1})$$

式中:

m ——筛子上剩余试料的质量,单位为克(g);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

H.6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 H.1 所列允许差。

表 H.1 允许差

残留物 / %	允许差 / %
0.05~0.10	0.01
0.10~0.50	0.05
0.50~1.00	0.10
