

中华人民共和国  
国家标准

GB 2592.1—81

铊中铜量的测定  
(三氯甲烷萃取铜试剂吸光光度法)

总则及一般规定按GB1467—78执行。

1. 方法提要

在pH 9~10的柠檬酸铵介质中,二价铜与铜试剂生成黄棕色胶体悬浮物,用三氯甲烷萃取后,于波长440nm处测其吸光度。

在萃取溶液中,分别含50微克锌、铁、铝、镉、汞、铟,40微克铅、银、碲,5微克镍、铋,2.5克硝酸,对铜的测定无影响。1克铊的存在,经亚硫酸钠将铊还原后,对铜的测定无干扰。

测定范围:0.0005~0.015%。

2. 试剂

氢氧化铵(比重0.90)。

硝酸(1+1)。

亚硫酸钠溶液(20%)。

柠檬酸铵溶液(50%)。

三氯甲烷。

酚酞指示剂(0.1%乙醇溶液)。

二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂)溶液(0.2%)。

铜标准溶液:

(甲)称取0.5000克金属铜(99.95%),置于200毫升烧杯中,加10毫升硝酸(1+1),加热溶解后,加少量水,加热煮沸,赶尽氮的氧化物,冷却。移入1000毫升容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液1毫升含500微克铜。

(乙)移取5.00毫升铜标准溶液(甲),置于500毫升容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液1毫升含5微克铜。

3. 分析步骤

称取试样<sup>①</sup>(随同试样做试剂空白),置于100毫升烧杯中,加2毫升硝酸,低温加热溶解后,加少量水煮沸,稍冷<sup>②</sup>,移入125毫升分液漏斗中,用水稀释至25毫升,加2毫升亚硫酸钠溶液,摇匀,加2毫升柠檬酸铵溶液、1滴酚酞指示剂,用氢氧化铵中和至指示剂刚变红色并过量3~5滴(pH 9~10),加2毫升铜试剂溶液,摇匀。加15.00毫升三氯甲烷,振荡1分钟,静置分层后,有机相经脱脂棉或滤纸吸干水后,移入2厘米液槽中,以三氯甲烷为参比,在分光光度计上,于波长440nm处,测其吸光度。减去试剂空白的吸光度,从工作曲线上查出相应的铜量。

工作曲线的绘制:

移取0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00毫升铜标准溶液(乙),分别置于125毫升分液漏斗中,用水稀释至25毫升,加2毫升亚硫酸钠溶液,摇匀。加2毫升柠檬酸铵溶液,以下按分析步骤操作,测其吸光度。减去不加铜标准溶液的吸光度,绘制工作曲线。

铜的百分含量按下式计算:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{W_1 \times 10^{-6}}{W \times \frac{V_1}{V}} \times 100$$

式中： $W_1$ ——自工作曲线上查得的铜量（微克）；  
 $W$ ——称样量（克）；  
 $V_1$ ——分取试液体积（毫升）；  
 $V$ ——试液总体积（毫升）。

## 4. 允许差

含 铜 量 (%)	允 许 差 (%)
0.0005~0.0010	0.0002
>0.0010~0.0050	0.0004
>0.0050~0.0100	0.0015
>0.0100~0.0150	0.0020

注：① 称样按下表：

含 铜 量 (%)	称 样 量 (克)	试液总体积 (毫升)	分取试液体积 (毫升)
0.0005~0.0015	1.0000	—	—
>0.0015~0.005	0.5000	—	—
>0.005~0.015	1.0000	100.00	20.00~10.00

需要分取的样品，按分析步骤硝酸分解后，进容量瓶。分取的试液移入125毫升分液漏斗中，以下按分析步骤操作。

② 气温低时，冷却后硝酸铈可能会结晶析出，可在温热状态下移入分液漏斗中，对测定无影响。