

中华人民共和国国家标准

铌铁化学分析方法

新亚铜灵-三氯甲烷萃取光度法测定铜量

UDC 669.15'293
:543.42:546
.56
GB 3654.2-83

Methods for chemical analysis of ferroniobium
The neocuproine-chloroform extraction photometric
method for the determination of copper content

本标准适用于铌铁中铜量的测定。测定范围：0.004~0.18%。

本标准遵守 GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用酸溶解，在柠檬酸存在下，以盐酸羟胺还原铜至一价后，在 pH 5~7，新亚铜灵与铜生成不溶性黄色络合物，用三氯甲烷萃取后，于分光光度计波长460 nm处测量其吸光度。

2 试剂

- 2.1 硝酸（比重1.42）。
- 2.2 氢氟酸（比重1.15）。
- 2.3 三氯甲烷。
- 2.4 硫酸（1+1）。
- 2.5 氢氧化铵（1+1）。
- 2.6 柠檬酸溶液（30%）。
- 2.7 盐酸羟胺溶液（10%）。
- 2.8 硼酸溶液（5%）。
- 2.9 2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲（新亚铜灵）乙醇溶液（0.1%）。
- 2.10 铜标准溶液

2.10.1 称取0.5000g铜（99.99%），置于250ml烧杯中，加入10ml硝酸(2.1)，溶解后加入20ml硫酸(2.4)，加热至冒三氧化硫白烟，取下冷却，加水溶解盐类后，移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含500μg铜。

2.10.2 移取5ml铜标准溶液(2.10.1)，置于500ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含5.0μg铜。

3 分析步骤

3.1 试样量

称取0.5000g试样。

3.2 空白试验

随同试样做空白。

3.3 测定

3.3.1 将试样量置于铂皿中，加10ml硝酸(2.1)、5ml氢氟酸(2.2)，加热至试样溶解，继续加热至溶液与皿壁接触处即将出现铌酸时，取下，加入10ml硫酸(2.4)，混匀。加热至铌酸溶解后，取

GB 3654.2-83

下稍冷,加入40ml柠檬酸溶液(2.6),微热使溶液澄清,取下,加入5ml硼酸溶液(2.8),冷却至室温,移入100ml容量瓶中,用柠檬酸溶液(2.6)稀释至刻度,混匀。

3.3.2 移取10ml试液(3.3.1),置于150ml分液漏斗中,加入30ml水,5ml盐酸羟胺溶液(2.7),混匀。用氢氧化铵(2.5)慢慢调节至pH 5~7,加入5ml新亚铜灵乙醇溶液(2.9),混匀,放置1min。

3.3.3 加入10ml三氯甲烷(2.3),振荡1min,静置分层,将部分有机相干过滤于2cm比色皿中,以三氯甲烷(2.3)为参比,于分光光度计波长460nm处,测量其吸光度。

3.3.4 减去随同试样空白的吸光度后,从工作曲线上查出相应的铜量。

3.4 工作曲线的绘制

移取0、5.00、10.00、15.00、20.00、25.00ml铜标准溶液(2.10.2),分别置于150ml分液漏斗中,分别加水补至30ml,加入10ml柠檬酸溶液(2.6)、5ml盐酸羟胺溶液(2.7),用氢氧化铵(2.5)慢慢调节至pH 5~7,加入新亚铜灵乙醇溶液(2.9),混匀,放置1min,以下按分析步骤第3.3.3款进行。减去试剂空白的吸光度。以铜量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4 分析结果的计算

按下式计算铜的百分含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{m_1 \times V}{m \times V_1} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铜量, g;

V ——试液总体积, ml;

V_1 ——分取试液体积, ml;

m ——试样量, g。

5 允许差

分析结果的极差值应不大于下表所列允许差。

铜含量	允许差
0.004~0.010	0.0015
>0.010~0.025	0.003
>0.025~0.050	0.005
>0.050~0.10	0.008
>0.10~0.18	0.015

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由吉林铁合金厂负责起草。

本标准由抚顺钢铁厂起草。

本标准起草人赛云华。