

中华人民共和国国家标准

镁粉和铝镁合金粉化学分析方法

新铜试剂萃取光度法测定铜量

UDC 669.721 + 669
.715'721-492
:543.42
GB 4374.1-84

Methods for chemical analysis of magnesium powders
and aluminium-magnesium alloy powders
The neocuproine-extraction photometric method
for the determination of copper content

本标准适用于铝镁合金粉中铜量的测定。测定范围：0.0050~0.050%。
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

试样用盐酸、过氧化氢溶解，用盐酸羟胺还原铜，在pH3~4的酸性溶液中，铜（I）与新铜试剂生成黄色络合物，以三氯甲烷萃取，于分光光度计波长460nm处测量其吸光度。

试液中分别含5mg铁、1mg锌、1mg硅、0.1mg锰不干扰测定。

2 试剂与材料

2.1 三氯甲烷。

2.2 盐酸（1+1）。

2.3 过氧化氢（市售30%）。

2.4 盐酸羟胺溶液（10%）。

2.5 柠檬酸钠溶液（50%）。

2.6 氢氧化铵（1+1）。

2.7 铝镁基体溶液：

a. 称取223.8g三氯化铝（ $\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ），置于500ml烧杯中，加入200ml水，搅拌使其溶解。

b. 称取25g纯镁（99.99%），置于500ml烧杯中，加入200ml盐酸（2.2），使其溶解并煮沸。

将上述a.与b.中溶液过滤于同一个500ml容量瓶中，冷却，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含铝、镁各0.05g。

2.8 2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲（新铜试剂）溶液（0.1%）：称取0.1g新铜试剂，置于100ml烧杯中，加入少量乙醇使其溶解。移入100ml容量瓶中，用乙醇稀释至刻度（有效期约为一周）。

2.9 铜标准贮存溶液：称取0.1000g纯铜（99.95%以上），置于150ml烧杯中，加入15ml水、5ml硝酸（比重1.42），待完全溶解后，煮沸驱除氮的氧化物。冷却，移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.1mg铜。

2.10 铜标准溶液：移取10.00ml铜标准贮存溶液（2.9），置于100ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含10μg铜。

2.11 刚果红试纸（剪成不带毛边的小块）。

3 仪器

分光光度计。

国家标准局1984 04-30发布

1985 04-01实施

GB 4374.1—84

4 分析步骤

4.1 测定数量

平行测定两份试样，取其平均值。

4.2 试样量

按表1称取试样。

表 1

铜量, %	试样量, g
0.005 ~ 0.015	0.2500
0.015 ~ 0.05	0.1000

4.3 空白试验

按表1称取试样(4.2)置于100ml烧杯中,以下按4.4.2、4.4.3(不加新铜试剂溶液)、4.4.4款进行。

4.4 测定

4.4.1 将试样(4.2)置于100ml烧杯中。

4.4.2 加入20ml盐酸(2.2),待试样大部分溶解后,用水冲洗杯壁,稍加热至完全溶解。加入2~3滴过氧化氢(2.3),继续加热煮沸,驱除过量的过氧化氢。取下,用少量水冲洗杯壁,冷却。

4.4.3 加入5ml盐酸羟胺溶液(2.4)、15ml柠檬酸钠溶液(2.5),投入一小片刚果红试纸(2.11),用氢氧化铵(2.6)调至刚果红试纸呈微紫色。加入5ml新铜试剂溶液(2.8),混匀,放置5min。

4.4.4 将溶液(4.4.3)移入100ml分液漏斗中(此时溶液体积约为60ml),加入10.0ml三氯甲烷(2.1),振荡2min,静置分层。

4.4.5 将部分有机相(4.4.4)移入干燥的1cm比色皿中。以空白试验(4.3)的有机相为参比,于分光光度计波长460nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铜量。

4.5 工作曲线的绘制

4.5.1 根据试样量(4.2)移取适量(其铝、镁量应与试样量中所含者相当)的铝镁基体溶液(2.7),置于一组100ml烧杯中,分别加入0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00、6.00ml铜标准溶液(2.10),以下按4.4.3~4.4.4款进行。

4.5.2 将部分有机相(4.5.1)移入干燥的1cm比色皿中,以补偿溶液(4.5.1中不加铜标准溶液者)为参比,于分光光度计波长460nm处测量其吸光度。以铜量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算铜的百分含量:

$$Cu (\%) = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的铜量, g;

m_0 ——试样量, g。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

GB 4374.1—84

表 2

%

铜 量	允 许 差
0.005~0.010	0.0008
>0.010~0.020	0.0025
>0.020~0.050	0.004

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由东北轻合金加工厂负责起草。

本标准由东北轻合金加工厂、西北铝加工厂起草。

本标准主要起草人尤贵法。