

粗铅化学分析方法
示波极谱法测定铜量

UDC 669.4.015.3
:543.253:546
.56
GB 5119.6—85

Methods for chemical analysis of crude lead
The oscillopolarographic method for the
determination of copper content

本标准适用于粗铅中铜量的测定。测定范围：0.05~2.00%。

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

试样用硝酸-柠檬酸溶解，在乙二胺-硝酸钠-柠檬酸钠-EDTA-三乙醇胺的碱性底液中，于峰电位约-0.62V处，用示波极谱法测量铜的峰电流。

在测定试液中含20mg铈、10mg砷、4mg铋、2mg锡、2mg锌、1.5mg银、1mg铁、1mg镉、0.025mg金不干扰测定。

2 试剂

2.1 硝酸（比重1.42）。

2.2 柠檬酸溶液（25%）。

2.3 氢氧化钠溶液（50%），贮于聚乙烯瓶中。

2.4 乙二胺（1+1），贮于棕色瓶中。

2.5 三乙醇胺（1+1），贮于棕色瓶中。

2.6 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）溶液（10%）。

2.7 酚红溶液（0.1%）：称取0.1g酚红溶于20ml乙醇中，用水稀释至100ml，混匀。

2.8 铜标准溶液

2.8.1 称取1.0000g纯铜（99.99%），置于250ml烧杯中，加入10ml硝酸（2.1），盖上表皿。置于电热板上加热至溶解完全，取下冷却，用水洗净表皿并移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1.00mg铜。

2.8.2 移取50ml铜标准溶液（2.8.1），置于500ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.1mg铜。

3 仪器

示波极谱仪。电极用三电极：滴汞电极为工作电极，饱和甘汞电极为参比电极，铂电极为辅助电极。

4 分析步骤

4.1 测定数量

称取二份试样进行测定，取其平均值。

4.2 试样量

称取10.00g试样。

4.3 空白试验

随同试样做空白。

4.4 测定

4.4.1 将试样(4.2)置于250ml烧杯中,加入40ml柠檬酸溶液(2.2)、40ml水、60ml硝酸(2.1),盖上表皿,在电热板上加热至溶解完全。取下冷却,用水洗净表皿,移入200ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。移取10.00ml试液,置于100ml烧杯中。

4.4.2 加入2滴酚红溶液(2.7),用氢氧化钠溶液(2.3)中和至溶液由黄色刚变为明显红色(红紫或暗紫色)并过量0.30ml。

4.4.3 加入2.5ml乙二胺(2.4)、10.0ml EDTA溶液(2.6)、3.0ml三乙醇胺(2.5),每加入一种试剂均需混匀。移入50ml容量瓶中,用水洗净烧杯并稀释至刻度,混匀。

4.4.4 将部分溶液移入小烧杯中,从-0.35V开始扫描,记录示波极谱峰电流。

4.4.5 用直接比较法计算结果。

4.5 标准比较溶液的配制

准确量取与试样中铜量相近但不同量的三份铜标准溶液(2.8),分别置于三个100ml烧杯中,加入2.0ml柠檬酸溶液(2.2)、5ml水、3ml硝酸(2.1),以下按4.4.2~4.4.4款进行。

5 分析结果的计算

按下式计算铜的百分含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{m_1 \cdot h_2}{m_2 \cdot h_1} \times 100$$

式中: m_1 ——所取标准铜量, g;

h_2 ——试样的峰电流值, μA ;

h_1 ——所取标准铜的平均峰电流值, μA ;

m_2 ——分取试样量, g。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

铜 量	允 许 差
0.050~0.100	0.015
>0.10~0.30	0.02
>0.30~0.50	0.04
>0.50~1.00	0.08
>1.00~2.00	0.12

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由湖南冶金研究所负责起草。

本标准由湖南冶金研究所起草。

本标准主要起草人苏天文。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准YB 739—70《粗铅化学分析方法》作废。