

铜化学分析方法
罗丹明B分光光度法测定铋量

Methods for chemical analysis of copper
The rhodamine B photometric method for
the determination of antimong content

UDC 669.3:543
.42:546.86

GB 5121.12-85

代替 GB 471-64

本标准适用于铜中铋量的测定。测定范围：0.001~0.005%。

本标准不适用含金量大于0.0001%试样中铋量的测定。

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

1.1 试样用硝酸溶解，硫酸转化，稀释。调整酸度后，用硫酸铈将铋氧化，用异丙醚萃取铋的氯络阴离子与主体铜及其他离子分离，再以罗丹明B显色，于分光光度计波长550nm处测量其吸光度。

1.2 显色溶液中金量应小于0.5μg。

2 试剂

2.1 硝酸（1+1）。

2.2 盐酸（比重1.19）。

2.3 硫酸（比重1.84）。

2.4 硫酸（1+1）。

2.5 硫酸（1+24）。

2.6 硫酸铈溶液：称取20.2g 硫酸铈 $[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，置于800ml烧杯中，加入70ml 硫酸（1+4），搅拌使其溶解。用水稀释至500ml，混匀。贮存于棕色瓶中。

2.7 罗丹明B溶液（0.02%）：称取0.1g 罗丹明B，置于800ml烧杯中，加入70ml 硫酸（1+4），搅拌使其溶解。用水稀释至500ml，混匀。贮存于棕色瓶中。

2.8 异丙醚：低温保存。

2.9 铋标准贮存溶液：称取0.1000g 纯铋（99.9%以上），置于250ml烧杯中，加入25ml 硫酸（2.3）。加热使其完全溶解，取下冷却。以硫酸（1+4）将溶液移入1000ml容量瓶中并稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含100μg 铋。

2.10 铋标准溶液：移取10.00ml 铋标准贮存溶液（2.9）于100ml容量瓶中，用硫酸（1+4）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含10μg 铋。

3 仪器

3.1 振荡机（频率275min⁻¹）。

3.2 离心机。

3.3 分光光度计。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取5 g 试样，精确至0.001g。

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于200ml烧杯中，加入40ml硝酸(2.1)，盖上表皿。冷溶至剧烈反应停止。加热使试样完全溶解并驱除氮的氧化物，取下稍冷。加入20ml硫酸(2.3)，小心加热，防止溶液飞溅，蒸发至冒浓白烟，取下稍冷。

4.3.2 加入100ml硫酸(2.5)及20ml盐酸(2.2)，用玻璃棒研碎盐类。置于电热板低温处加热，使盐类溶解完全，取下冷却。将溶液移入200ml容量瓶中，用硫酸(2.5)洗涤烧杯、玻璃棒及表皿并稀释至刻度，混匀。

4.3.3 分取20.00ml溶液(4.3.2)置于125ml分液漏斗中，加入4ml硫酸(2.4)，28ml盐酸(2.2)，混匀。

4.3.4 加入2ml硫酸铈溶液(2.6)，混匀，静置2min。加入30ml异丙醚(2.8)，在振荡机(3.1)上激烈振荡2min，取下，静置分层，弃去水相。加入6ml罗丹明B溶液(2.7)，在振荡机(3.1)上激烈振荡1min，静置分层，弃去水相。将有机相移入30ml比色管中，用异丙醚(2.8)稀释至刻度，混匀。

4.3.5 将部分溶液置于离心管中离心分离1min，移入1cm比色皿中。

4.3.6 以随同试样的空白为参比，在分光光度计波长550nm处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的铈量。

4.4 工作曲线的绘制

移取0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50ml铈标准溶液，分别置于一组125ml分液漏斗中。分别补加硫酸(2.4)至硫酸(2.3)总量为4.5ml(包括由铈标准溶液引入的硫酸量)，加入30ml盐酸(2.2)，加水至总体积为52ml，混匀。以下按4.3.4~4.3.5进行。以试剂空白为参比，于分光光度计波长550nm处测量其吸光度。以铈量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算铈的百分含量：

$$Sb(\%) = \frac{m \cdot V_2}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中： m ——自工作曲线上查得的铈量，g；

V_2 ——溶液的总体积，ml；

V_1 ——分取溶液的体积，ml；

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下表所列允许差。

GB 5121.12-85

		%
锑	量	允 许 差
0.0010	~0.0030	0.0004
>0.0030	~0.0050	0.0006

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出, 由北京矿冶研究总院负责技术归口。

本标准由上海冶炼厂负责起草。

本标准由上海冶炼厂起草。

本标准主要起草人顾仲琦。