

中华人民共和国国家标准

钽 铌 化学 分析 方法
铜 量 的 测 定

GB/T 15076.3—94

Methods for chemical analysis of tantalum and niobium—
Determination of copper content

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钽、铌中铜含量的测定方法。

本标准适用于钽、铌中铜含量的测定,也适用于其氢氧化物中铜含量的测定。测定范围:0.0002%~0.06%。

2 引用标准

- GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定
GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试料用氢氟酸和硝酸溶解。酒石酸-硼酸络合主体,以乙二胺四乙酸二钠消除铁、镍、钴、锰等杂质干扰。在 pH7~8,铜(Ⅱ)与二乙基二硫代氨基甲酸钠生成棕黄色配合物,用四氯化碳萃取于分光光度计波长 435nm 处测量其吸光度。

4 试剂

- 4.1 无水硫酸钠。
4.2 氢氟酸(ρ 1.14g/mL),优级纯。
4.3 硝酸(ρ 1.42g/mL),优级纯。
4.4 氨水(ρ 0.90g/mL)。
4.5 四氯化碳。
4.6 酒石酸-硼酸溶液:称取 20g 酒石酸(优级纯)及 6g 硼酸(优级纯)置于 250mL 烧杯中,加水溶解并稀释至 100mL,混匀。
4.7 乙二胺四乙酸二钠溶液(50g/L)。
4.8 二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂)溶液(1g/L)。
4.9 铜标准贮存溶液:称取 0.1000g 金属铜置于 250mL 烧杯中,加入 20mL 硝酸(1+4),低温加热至完全溶解,煮沸,除去氮的氧化物,冷却,移入 1000mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 100 μ g 铜。
4.10 铜标准溶液:移取 10.00mL 铜标准贮存溶液(4.9)于 100mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 10 μ g 铜。

国家技术监督局 1994-05-09 批准

1994-12-01 实施

GB/T 15076.3-94

4.11 苯酚红指示剂:称取 0.1g 苯酚红,用 6mL 氢氧化钠溶液(0.5g/L)溶解,以水稀释至 100mL,混匀。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 测定数量

称取两份试料,独立测定,取其平均值。

6.2 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.0001g。

表 1

铜含量 %	试料 g	试液总体积 mL	分取试液体积 mL
0.00020~0.00100	1.0000	--	全量
0.0010~0.0035	0.5000	--	全量
0.0035~0.0080	0.5000	25	10.00
0.0080~0.0200	0.2000	25	10.00
0.020~0.040	0.2000	50	10.00
0.040~0.060	0.2000	100	10.00

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.2)置于 30mL 铂坩埚中,加几滴水润湿(钨试料加 1mL 水),加入 1~5mL 氢氟酸(4.2),滴加硝酸(4.3),待剧烈反应停止,低温加热至试料完全溶解。继续蒸至有沉淀析出,取下,滴加氢氟酸(4.2),使沉淀刚好溶解。将 10mL 酒石酸-硼酸溶液(4.6)一次加入坩埚中。若出现浑浊,可再滴加氢氟酸(4.2)至溶液清亮。

6.4.1.1 按表 1 将分取试液体积为全量的试液(6.4.1)移入 60mL 分液漏斗中。

6.4.1.2 按表 1 将试液(6.4.1)移入相应的容量瓶中,用酒石酸-硼酸溶液(4.6)稀释至刻度,混匀。分取试液于 60mL 分液漏斗中。

6.4.2 向分液漏斗中加入 1mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(4.7),两滴苯酚红指示剂(4.11),用氨水(4.4)中和至试液由黄变红。加入 2mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(4.8),混匀。

6.4.3 向分液漏斗中加入 5.00mL 四氯化碳(4.5),振荡 1min,静置分层。

6.4.4 将有机相放入 10mL 干燥的比色管中。重复 6.4.3 条操作,将有机相与第一次萃取的有机相合并。加约 0.5g 无水硫酸钠(4.1)于比色管中,振荡几次,静置片刻。

6.4.5 将部分有机相移入 2cm 干燥吸收皿中,以四氯化碳(4.5)为参比,于分光光度计波长 435nm 处测量其吸光度。

6.4.6 减去随同试料的空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铜量。

6.5 工作曲线绘制

6.5.1 移取 0,0.10,0.30,0.50,1.00,1.50,2.00mL 铜标准溶液(4.10),分别置于一组 60mL 分液漏

GB/T 1 5076. 3—94

斗中,加入 10mL 酒石酸-硼酸溶液(4.6),以下按 6.4.2~6.4.5 条操作。

6.5.2 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。

7 分析结果的计算及表述

按下式计算铜的百分含量:

$$\text{Cu}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铜量, μg ;

V_1 ——分取试液体积,mL;

V_0 ——试液总体积,mL;

m_0 ——试料的质量,g。

8 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。

表 2

%

铜 含 量	允 许 差
0.00020~0.00050	0.00020
>0.00050~0.00090	0.00035
>0.0009~0.0025	0.0005
>0.0025~0.0070	0.0008
>0.0070~0.0150	0.0012
>0.015~0.040	0.002
>0.040~0.060	0.003

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由宁夏有色金属冶炼厂负责起草。

本标准由宁夏有色金属冶炼厂起草。

本标准主要起草人宋允嘉。

自本标准实施之日起,原中华人民共和国冶金工业部发布的部标准 YB 942(11)—78《铌中铜量的测定(铜试剂吸光光度法)》作废。