

GB/T 8220.1—1998

## 前 言

本标准是对 GB 8220.1—87《铋化学分析方法 双乙醛草酰二脲分光光度法测定铜量》的修订。为满足 GB/T 915—1995《铋》的要求,修订时将方法的测定下限由 0.000 4% 延伸至 0.000 2%。

本标准遵守:

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

本标准是 GB/T 915—1995《铋》的配套标准。

本标准的编写方法符合 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第 1 单元:标准的起草与表述规则 第 1 部分:标准编写的基本规定》的规定。

本标准从实施之日起,同时代替 GB 8220.1—87 及 GB/T 915—1995《铋》附录 A。

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所归口。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准主要起草人:肖永球、尹兴仁。

本标准 1966 年首次发布,1976 年 10 月第 1 次修订,1987 年 9 月第 2 次修订。

## 中华人民共和国国家标准

## 铋化学分析方法

## 双乙醛草酰二脒分光光度法测定铜量

GB/T 8220.1—1998

Methods for chemical analysis of bismuth

代替 GB 8220.1—87

—Determination of copper content—

Bis-acetaldehyde-oxalyldihydrazone photometric method

## 1 范围

本标准规定了铋中铜量测定方法。

本标准适用于铋中铜量的测定。测定范围：0.000 2%~0.004%。

## 2 方法提要

试料经硝酸分解。在 pH8~10 氨性介质中，以柠檬酸铵掩蔽主体铋，双乙醛草酰二脒(由双环己酮草酰二脒和乙醛反应生成)与铜形成稳定的紫红色络合物，于分光光度计波长 540 nm 处测量其吸光度。

## 3 试剂

3.1 氨水( $\rho$ 0.90 g/mL)。

3.2 乙醛溶液(40%)。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 柠檬酸铵溶液(300 g/L)。

3.5 双环己酮草酰二脒(BCO)溶液(2 g/L)：称取 1.0 g BCO 置于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 无水乙醇、200 mL 热水(50~60℃)，搅拌溶解(如有未溶的颗粒再微热溶解)。移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.6 缓冲溶液(pH9.2)：称取 54 g 氯化铵溶于水中，加入 63 mL 氨水(3.1)，用水稀释至 1 000 mL，混匀。

3.7 中性红乙醇溶液(0.2 g/L)。

3.8 铜标准贮存溶液：称取 1.000 g 金属铜( $\geq$ 99.95%)，置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.3)，加热溶解，驱除氮的氧化物，取下，冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中，加入 10 mL 硝酸(3.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

3.9 铜标准溶液：移取 5.00 mL 铜标准贮存溶液(3.8)，置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 5  $\mu$ g 铜。

3.10 铜标准溶液：移取 20.00 mL 铜标准溶液(3.9)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1  $\mu$ g 铜。

国家质量技术监督局 1998-08-19 批准

1999-03-01 实施

GB/T 8220.1—1998

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样。

表 1

铜量, %	试料, g	吸收皿厚度, cm
0.000 2~0.000 5	1.000	5
>0.000 5~0.001 5	1.000	3
>0.001 5~0.004 0	0.500 0	3

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 200 mL 烧杯中,加入 8 mL 硝酸(3.3),加热溶解并蒸发至 3~5 mL,取下,冷却。

5.3.2 加入 10 mL 柠檬酸铵溶液(3.4)、1 滴中性红乙醇溶液(3.7),用氨水(3.1)中和至溶液由红色变为黄色并过量 5 滴,将溶液移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至约 30 mL。

5.3.3 加入 5 mL 缓冲溶液(3.6)、1.0 mL 乙醛溶液(3.2)、7.5 mL BCO 溶液(3.5)。每加一种试剂均需混匀。用水稀释至刻度,混匀。在 20~40℃ 显色,放置 1 h。

5.3.4 将部分溶液移入表 1 所示吸收皿中,以随同试料的空白为参比,于分光光度计波长 540 nm 处测量吸光度,从工作曲线上查出相应的铜量。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 Cu ≤ 0.000 5% 的工作曲线

5.4.1.1 移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 铜标准溶液(3.10),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,以下按 5.3.2~5.3.3 进行。

5.4.1.2 将部分溶液移入 5 cm 吸收皿中,以试剂空白作参比,于分光光度计波长 540 nm 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。

5.4.2 Cu > 0.000 5% 的工作曲线

5.4.2.1 移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 铜标准溶液(3.9),分别置于一组 50 mL 容量瓶中,以下按 5.3.2~5.3.3 进行。

5.4.2.2 将部分溶液移入 3 cm 吸收皿中,以试剂空白作参比,于分光光度计波长 540 nm 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。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算铜的百分含量:

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

式中:  $m_1$ ——自工作曲线上查得的铜量,  $\mu\text{g}$ ;

$m_0$ ——试料的质量, g。

分析结果应保留两位有效数字。

GB/T 8220.1—1998

7 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 量	允许差
0.000 2~0.000 5	0.000 1
>0.000 5~0.001 5	0.000 2
>0.001 5~0.002 5	0.000 3
>0.002 5~0.004 0	0.000 4