

铌铁化学分析方法
新亚铜灵-三氯甲烷萃取光度法测定铜量

UDC 669.15'293
:543.42:546
.56
GB 3654.2-83

Methods for chemical analysis of ferroniobium
The neocuproine-chloroform extraction photometric
method for the determination of copper content

本标准适用于铌铁中铜量的测定。测定范围：0.004~0.18%。

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

试样用酸溶解，在柠檬酸存在下，以盐酸羟胺还原铜至-1价后，在 pH 5~7，新亚铜灵与铜生成不溶性黄色络合物，用三氯甲烷萃取后，于分光光度计波长460 nm处测量其吸光度。

2 试剂

- 2.1 硝酸（比重1.42）。
- 2.2 氢氟酸（比重1.15）。
- 2.3 三氯甲烷。
- 2.4 硫酸（1+1）。
- 2.5 氢氧化铵（1+1）。
- 2.6 柠檬酸溶液（30%）。
- 2.7 盐酸羟胺溶液（10%）。
- 2.8 硼酸溶液（5%）。
- 2.9 2,9-二甲基-1,10-二氮杂菲（新亚铜灵）乙醇溶液（0.1%）。

2.10 铜标准溶液

2.10.1 称取0.5000g铜（99.99%），置于250ml烧杯中，加入10ml硝酸（2.1），溶解后加入20ml硫酸（2.4），加热至冒三氧化硫白烟，取下冷却，加水溶解盐类后，移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含500μg铜。

2.10.2 移取5ml铜标准溶液（2.10.1），置于500ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含5.0μg铜。

3 分析步骤

3.1 试样量

称取0.5000g试样。

3.2 空白试验

随同试样做空白。

3.3 测定

3.3.1 将试样量置于铂皿中，加10ml硝酸（2.1）、5ml氢氟酸（2.2），加热至试样溶解，继续加热至溶液与皿壁接触处即将出现铌酸时，取下，加入10ml硫酸（2.4），混匀。加热至铌酸溶解后，取