



YS/T569.1-2006

中华人民共和国  
国家标准

GB 2592.1-81

铊中铜量的测定  
(三氯甲烷萃取铜试剂吸光光度法)

总则及一般规定按GB1467-78执行。

调整为: YS/T 569.1-2006

1. 方法提要

在pH 9~10的柠檬酸铵介质中, 二价铜与铜试剂生成黄棕色胶体悬浮物, 用三氯甲烷萃取后, 于波长440nm处测其吸光度。

在萃取溶液中, 分别含50微克锌、铁、铝、镉、汞、铟, 40微克铅、银、碲, 5微克镍、铋, 2.5克硝酸, 对铜的测定无影响。1克铊的存在, 经亚硫酸钠将铊还原后, 对铜的测定无干扰。

测定范围: 0.0005~0.015%。

2. 试剂

氢氧化铵 (比重0.90)。

硝酸 (1+1)。

亚硫酸钠溶液 (20%)。

柠檬酸铵溶液 (50%)。

三氯甲烷。

酚酞指示剂 (0.1%乙醇溶液)。

二乙基二硫代氨基甲酸钠 (铜试剂) 溶液 (0.2%)。

铜标准溶液:

(甲) 称取0.5000克金属铜 (99.95%), 置于200毫升烧杯中, 加10毫升硝酸 (1+1), 加热溶解后, 加少量水, 加热煮沸, 赶尽氮的氧化物, 冷却。移入1000毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液1毫升含500微克铜。

(乙) 移取5.00毫升铜标准溶液 (甲), 置于500毫升容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液1毫升含5微克铜。

3. 分析步骤

称取试样<sup>①</sup> (随同试样做试剂空白), 置于100毫升烧杯中, 加2毫升硝酸, 低温加热溶解后, 加少量水煮沸, 稍冷<sup>②</sup>, 移入125毫升分液漏斗中, 用水稀释至25毫升, 加2毫升亚硫酸钠溶液, 摇匀, 加2毫升柠檬酸铵溶液、1滴酚酞指示剂, 用氢氧化铵中和至指示剂刚变红色并过量3~5滴 (pH 9~10), 加2毫升铜试剂溶液, 摇匀。加15.00毫升三氯甲烷, 振荡1分钟, 静置分层后, 有机相经脱脂棉或滤纸吸干水后, 移入2厘米液槽中, 以三氯甲烷为参比, 在分光光度计上, 于波长440nm处, 测其吸光度。减去试剂空白的吸光度, 从工作曲线上查出相应的铜量。

工作曲线的绘制:

移取0.00、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00毫升铜标准溶液 (乙), 分别置于125毫升分液漏斗中, 用水稀释至25毫升, 加2毫升亚硫酸钠溶液, 摇匀。加2毫升柠檬酸铵溶液, 以下按分析步骤操作, 测其吸光度。减去不加铜标准溶液的吸光度, 绘制工作曲线。

铜的百分含量按下式计算: