

F_CL_HS_DHJG_Cu_005

低合金钢—铜量的测定— BCO 光度法

1 范围

本推荐方法用双环己酮草酰二腙(BCO)光度法测定碳素钢、低合金钢、硅钢和纯铁中的铜含量。

本方法适用于碳素钢、低合金钢、硅钢和纯铁中质量分数为 0.005%~1.0% 铜含量的测定。

2 原理

试样以酸溶解, 用柠檬酸络合铁等金属离子, 在 pH9.0~9.5 范围内, BCO 与二价铜生成蓝色络合物, 进行光度法测定。计算出铜的质量分数。

3 试剂

分析中, 除另有说明外, 仅使用分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.1 高氯酸, ρ 约 1.67g/mL

3.2 氨水, ρ 约 0.90g/mL

3.3 盐酸, 1+1

3.4 硝酸, 1+3

3.5 盐酸-硝酸混合酸, 盐酸+硝酸+水=3+1+8

3.6 氨水, 1+1

3.7 乙醇, 1+1

3.8 柠檬酸溶液, 500g/L

3.9 双环己酮草酰二腙(BCO)乙醇溶液, 1g/L

称取 1g BCO 置于 500mL 烧杯中, 加 80mL 乙醇(1+1), 在 60°C 以下温热溶解, 冷却至室温, 移入 1000mL 容量瓶中, 用乙醇(1+1)稀释至刻度。

3.10 中性红溶液, 1g/L

乙醇配制。

3.11 缓冲溶液, pH9.2

称取 54g 氯化铵置于 500mL 烧杯中, 加 200mL 水溶解后, 加 63mL 氨水, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

3.12 铜标准溶液,

3.12.1 铜储备液, 100 μ g /mL

称取 0.1000g 金属铜 (质量分数大于 99.9%), 精确至 0.0001g。置于 250mL 烧杯中, 加 10mL 硝酸 (1+3) 溶解, 煮沸除去氮氧化物, 冷却至室温后, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1mL 含 100 μ g 铜。

3.12.2 铜标准溶液, 10.0 μ g/mL

移取 50.00mL 铜储备液 (100 μ g/mL), 于 500mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1mL 含 10.0 μ g 铜。

4 操作步骤

4.1 称样

按表 1 称取试样, 精确至 0.0001g。

表 1

铜的质量分数, %	称样量, g
0.01~0.1	0.50
>0.1~1.2	0.25

4.2 空白试验

随同试料做空白试验。

4.3 试料分解

将试料置于 150mL 烧杯 (或锥形瓶) 中, 加 15mL 盐酸硝酸混合酸(3+1+8), 加热至试料完全溶解。加 5mL 高氯酸, 加热蒸发至冒高氯酸烟 1~2min, 取下冷却。

加 20mL 水, 加热溶解盐类, 冷至室温, 将试液移入 100mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀(高硅试样在溶解时可加适量氢氟酸或氟化铵。高钨试样先加 10~20mL 盐酸(1+1)溶解, 滴加硝酸氧化, 高氯酸冒烟。高铬试样冒高氯酸烟至铬氧化高价, 滴加盐酸将铬生成氯化铬酰除去。如含有石墨碳、钨酸等不溶物, 用中速滤纸干过滤除去)。

4.4 显色

分取 10.00mL 试液两份, 分别置于 50mL 容量瓶中(质量分数为 0.3 % ~1.2%的铜含量移取 5.00mL。), 分别为显色溶液和参比溶液。

显色溶液: 加 2mL 柠檬酸溶液 (500g/L), 混匀 (应及时调节至碱性)。加 1~2 滴中性红, 用氨水 (1+1) 调节试液由红色变为黄色并过量 2~3 滴, 加 10mL 缓冲溶液 (pH9.2) , 10mL BCO 溶液(1g/L), 每加一种试剂后均要混匀, 用水稀释至刻度, 混匀。

参比溶液: 按显色溶液操作, 不加 BCO 溶液, 用水稀释至刻度, 混匀。

4.5 测量

将显色溶液和参比溶液放置 3~5min(室温 15~25℃, 如低于 10℃需放置 10~15min, 如高于 28℃, 应逐个显色, 逐个测量吸收度), 将部分溶液移入 1~3cm 吸收皿中, 以参比溶液作为参比, 在分光光度计上于 600nm 处测量吸光度。在工作曲线上查出铜的质量。

4.6 工作曲线绘制

分取 0、0.50、2.00、3.00、4.00、5.00mL(质量分数大于 0.1%~0.3%的铜含量时, 移取 0, 2.50、3.50、5.00、6.00、7.50mL, 质量分数大于 0.3%~1.2%的铜含量时, 移取 0、3.50、7.00、10.00、12.50、15.00mL) 铜标准溶液(10 μg/mL) 分别置于 50mL 容量瓶中, 加水至约 15mL, 按 4.4 和 4.5 进行, 以试剂空白作参比, 测量吸光度, 以铜的质量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

5 计算

按下式计算铜的含量, 以质量分数表示:

$$w_{\text{cu}} = \frac{m_1 \times V}{m \times V_1 \times 10^6} \times 100$$

式中: w_{cu} —铜的质量分数, %;

m_1 —分取试液中铜的质量, μg;

V_1 —分取试液的体积, mL;

V —试液的总体积, mL;

m —试料的质量, g。