

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脲(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 双环己酮草酰二脲(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℃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），10mLBCO 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 μ g/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。