

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 74.1~74.10—94

镉化学分析方法

1994-01-31 发布

1994-08-01 实施

中国有色金属工业总公司 发布

目 录

YS/T 74.1—94	镉化学分析方法	钼蓝分光光度法测定砷量	(1)
YS/T 74.2—94	镉化学分析方法	5-Br-PADAP 分光光度法测定铈量	(4)
YS/T 74.3—94	镉化学分析方法	丁二酮肟分光光度法测定镍量	(7)
YS/T 74.4—94	镉化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定铅量	(10)
YS/T 74.5—94	镉化学分析方法	二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法测定铜量	(14)
YS/T 74.6—94	镉化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定锌量	(17)
YS/T 74.7—94	镉化学分析方法	1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量	(21)
YS/T 74.8—94	镉化学分析方法	结晶紫分光光度法测定铊量	(24)
YS/T 74.9—94	镉化学分析方法	苯芴酮-溴代十六烷基三甲胺分光光度法测定锡量	(27)
YS/T 74.10—94	镉化学分析方法	火焰原子吸收光谱法测定银量	(30)

钼化学分析方法
钼蓝分光光度法测定砷量

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钼中砷含量的测定方法。

本标准适用于钼中砷含量的测定。测定范围:0.0005%~0.0025%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 编写的基本要求

本标准按照 GB 1.4、GB 1467 和 GB 7729 的规定编写。

4 方法原理

试料用硝酸溶解,在稀硝酸介质中,砷(V)与钼酸铵生成砷钼杂多酸。用正丁醇-乙酸乙酯萃取。用硫酸联胺和二氯化锡还原砷钼杂多酸为砷钼蓝。于分光光度计波长 640nm 处测量其吸光度。

5 试剂

制备溶液和分析用水均为二次蒸馏水。

5.1 硝酸(1+1),优级纯。

5.2 硝酸[$c(\text{HNO}_3)=1.8\text{mol/L}$],优级纯。

5.3 次溴酸钠溶液:取 45mL 饱和溴水于塑料瓶中,加入 30mL 氢氧化钠溶液(20g/L)、165mL 水,混匀。

5.4 钼酸铵溶液(50g/L):称取 5g 钼酸铵[$(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$]溶于 80mL 热水中,冷却,用水稀释至 100mL,混匀,过滤后使用,贮存于塑料瓶中。

5.5 混合萃取剂:乙酸乙酯和正丁醇等体积混合。

5.6 硝酸洗液:于 100mL 硝酸(5.2)中加入 20mL 混合萃取剂(5.5)饱和。用时现配。

5.7 硫酸联胺溶液(2g/L):称取 0.2g 硫酸联胺溶于 100mL 硫酸(0.25mol/L)中。

5.8 氯化亚锡溶液(100g/L):称取 10g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)用 40mL 盐酸(1+1)加热溶解,取下冷却,用盐酸(1+1)稀释至 100mL,混匀。一周内使用。

5.9 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0g 三氧化二砷于 200mL 烧杯中,加入 10mL 氢氧化钠溶液(1mol/L)溶解,以硝酸(5.1)酸化,移入 1 000mL 容量瓶中,用硝酸(5.2)稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 100 μg 砷。

5.10 砷标准溶液:移取 10.00mL 砷标准贮存溶液(5.9),置于 200mL 容量瓶中,用硝酸(5.2)稀释至

刻度,混匀。此溶液 1mL 含 5μg 砷。

6 仪器

分光光度计。

7 分析步骤

7.1 试料

按表 1 称取试样。

表 1

砷 含 量, %	试 料, g
0.000 5~0.000 8	2.000 0
>0.000 8~0.002 0	1.000 0
>0.002 0~0.002 5	0.500 0

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于 200mL 烧杯中,加入 20mL 硝酸(5.1),加热至溶解完全,蒸发至近干,冷却。加入 10mL 硝酸(5.2),加热使盐类溶解,冷却。用 15mL 硝酸(5.2)洗入 125mL 分液漏斗中,混匀。

7.3.2 加入 2mL 次溴酸钠溶液(5.3),混匀,静置 5min,加入 5mL 钼酸铵溶液(5.4),混匀,静置 10min,加入 20mL 混合萃取剂(5.5),振荡 1min,静置分层,弃去水相,加入 15mL 硝酸洗液(5.6),轻轻振荡 10s,静置分层,弃去水相,加入 5mL 硫酸联胺溶液(5.7),5 滴氯化亚锡溶液(5.8),振荡 20s,静置分层,弃去水相,有机相移入干燥的 25mL 比色管中,用混合萃取剂(5.5)稀释至刻度,混匀。

7.3.3 将部分试液移入干燥的 2cm 吸收皿中,以混合萃取剂(5.5)为参比,于分光光度计波长 640nm 处测量其吸光度。

7.3.4 减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的砷的质量。

7.4 工作曲线的绘制

7.4.1 移取 0.00,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,6.00mL 砷标准溶液(5.10)分别置于一系列 125mL 分液漏斗中,用硝酸(5.2)稀释至 25mL。

7.4.2 以下按 7.3.2~7.3.3 条进行。

7.4.3 减去试剂空白溶液的吸光度。以砷的质量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

8 分析结果的表述

按下式计算砷的百分含量:

$$As(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得砷的质量,μg;

m ——试料的质量,g。

9 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 %

砷 含 量	允 许 差
0.000 5~0.001 0	0.000 3
>0.001 0~0.002 0	0.000 4
>0.002 0~0.002 5	0.000 5

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所提出。

本标准由葫芦岛锌厂负责起草。

本标准由葫芦岛锌厂起草。

本标准主要起草人李景琴、孙淑芳。

自本标准实施之日起,GB 2133—80《镉中砷量的测定》调整为本行业标准。

5-Br-PADAP 分光光度法测定钨量

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钨中钨含量的测定方法。
本标准适用于钨中钨含量的测定。测定范围:0.000 1%~0.002 5%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定
GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 编写的基本要求

本标准按照 GB 1.4、GB 1467 和 GB 7729 的规定编写。

4 方法原理

试料用稀硝酸溶解,在 pH2~2.5 的硝酸介质中,以二氧化锰载带钨与基体钨分离。在碘化钾存在下,钨(Ⅵ)与 5-Br-PADAP 生成有色络合物。以苯萃取。于分光光度计波长 610nm 处,测量其吸光度。

5 试剂

- 5.1 苯。
- 5.2 金属钨(纯度为 99.99%且不含钨或钨<0.000 0X%)。
- 5.3 硝酸(1+1)。
- 5.4 氨水(1+1)。
- 5.5 硫酸锰(MnSO₄·H₂O)溶液(50g/L)。
- 5.6 高锰酸钾溶液(31.61g/L)。
- 5.7 碘化钾溶液(250g/L)。
- 5.8 硫脲溶液(100g/L)。
- 5.9 抗坏血酸溶液(50g/L),用时现配。
- 5.10 硫酸[c(H₂SO₄)=2.5mol/L]:861mL 水中加入 139mL 硫酸(ρ1.84g/mL),混匀。
- 5.11 硫酸-过氧化氢混合溶液:95mL 硫酸(5.10)中加 5mL 过氧化氢(30%),用时现配。
- 5.12 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙基苯酚(5-Br-PADAP)乙醇溶液(0.1g/L):称取 50mg5-Br-PADAP,用 200mL 乙醇溶解后,过滤于 500mL 容量瓶中,并用乙醇稀释至刻度,混匀。
- 5.13 钨标准贮存溶液:称取 0.100 0g 金属钨(99.99%)于 250mL 烧杯中,加入 70mL 硫酸(ρ1.84g/mL)加热溶解,冷却,移入 1 000mL 容量瓶中,用硫酸[c(H₂SO₄)=4mol/L]稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 100μg 钨。

5.14 铈标准溶液:移取 20.00mL 铈标准溶液(5.13)于 1 000mL 容量瓶中,用硫酸(5.10)稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 2 μ g 铈。

6 仪器

分光光度计。

7 分析步骤

7.1 试料

按表 1 称取试样。

表 1

铈含量,%	试料,g	试液总体积,mL	移取试液体积,mL
0.000 1~0.000 4	2.000 0	—	—
>0.000 4~0.001 0	2.000 0	50	15.00
>0.001 0~0.002 5	1.000 0	50	15.00

7.2 空白试验

称取与试料质量相等的金属镉(5.2)于 250mL 烧杯中,随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于 250mL 烧杯中,加入 10mL 硝酸(5.3)缓慢加热并蒸至约 5mL,冷却。

7.3.1.1 铈 $\leq$ 0.000 4 时,于试液(7.3.1)中加入 80mL 水。

7.3.1.2 铈 $>$ 0.000 4 时,将试液(7.3.1)移入 50mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。移取 15.00mL 试液于 250mL 烧杯中,加入 65mL 水。

7.3.2 用氨水(5.4)和硝酸(5.3)调节 pH2~2.5(用精密试纸)。

7.3.3 加入 1mL 高锰酸钾溶液(5.6),混匀,加热煮沸,边搅拌边逐滴加入 2mL 硫酸锰溶液(5.5),低温煮沸 5~8min,趁热过滤用热水洗涤烧杯 3~4 次,洗涤沉淀 4~5 次,将沉淀用少量水移入原烧杯中,用 20mL 硫酸-过氧化氢混合溶液(5.11)溶解残留在滤纸上及烧杯中的沉淀,并用热水洗涤滤纸及烧杯 3~4 次,低温加热至近干,取下放冷。加入 5mL 硫酸(5.10)溶解盐类,移入 125mL 分液漏斗中,分别用 2mL 碘化钾溶液(5.7)、2mL 硫脲溶液(5.8)、5mL 抗坏血酸溶液(5.9)及 2mL 水洗杯壁,合并入分液漏斗中,每加一种试剂均需混匀,加入 5mL 5-Br-PADAP 乙醇溶液(5.12),混匀,加入 10.00mL 苯(5.1),振荡 2min,静置 8~10min,待分层后,弃去水相。

7.3.4 将有机相移入 1cm 吸收皿中,以苯为参比,于分光光度计波长 610nm 处,测量其吸光度。

7.3.5 减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应铈的质量。

7.4 工作曲线的绘制

7.4.1 称取 1.000 0g 金属镉(5.2)于一组 250mL 烧杯中,分别加入 0.00,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00mL 铈标准溶液(5.14)。加入 10mL 硝酸(5.3)缓慢加热并蒸至约 5mL,冷却。加入 80mL 水。

7.4.2 按 7.3.2~7.3.4 条进行。

7.4.3 减去试剂空白的吸光度。以吸光度为纵坐标,铈的质量为横坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果的表述

按下式计算铈的百分含量

$$\text{Sb}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的锑的质量， μg ；
 V_0 ——试液总体积， mL ；
 V_1 ——移取试液的体积， mL ；
 m_0 ——试料的质量， g 。

9 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		%
锑 含 量	允 许 差	
0. 000 10~0. 000 20	0. 000 06	
>0. 000 2~0. 000 5	0. 000 1	
>0. 000 5~0. 001 0	0. 000 2	
>0. 001 0~0. 002 5	0. 000 5	

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所提出。
本标准由葫芦岛锌厂负责起草。
本标准由葫芦岛锌厂起草。
本标准主要起草人朱香、孙淑芳。
自本标准实施之日起，GB 2134—80《镉中锑量的测定》调整为本行业标准。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镉中镍含量的测定方法。

本标准适用于镉中镍含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.010%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 编写的基本要求

本标准按照 GB 1.4、GB 1467 和 GB 7729 的规定编写。

4 方法原理

试料用硝酸溶解,于 pH9~10 柠檬酸铵溶液中,用三氯甲烷萃取镍与丁二酮肟生成的配合物与镉、铁、铜、锰、铅等干扰元素分离。有机相经破坏后,在氧化剂存在下,于碱性介质中镍与丁二酮肟生成红色配合物,于分光光度计波长 470nm 处,测量其吸光度。

5 试剂

5.1 三氯甲烷。

5.2 硝酸(ρ 1.42g/mL)。

5.3 高氯酸(ρ 1.67g/mL)。

5.4 氨水(ρ 0.90g/mL)。

5.5 硫酸(1+1)。

5.6 柠檬酸铵溶液(200g/L)。

5.7 丁二酮肟乙醇溶液(10g/L):称取 2.0g 丁二酮肟于 200mL 烧杯中,加入 50mL 无水乙醇溶解,滤入 200mL 容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,混匀。

5.8 酒石酸钾钠溶液(200g/L)。

5.9 氢氧化钠溶液(50g/L):贮存于塑料瓶中。

5.10 乙二胺四乙酸二钠(EDTA 二钠盐)溶液(5g/L):称取 EDTA 二钠盐 2.5g 溶于水中,用氢氧化钠溶液(5.9)调至 pH9.5。

5.11 丁二酮肟溶液(10g/L):称取 5g 丁二酮肟,用氢氧化钠溶液(5.9)溶解并稀释至 500mL。贮存于塑料瓶中。

5.12 过硫酸铵溶液(50g/L):用时现配。

5.13 镍标准贮存溶液:称取 0.100 0g 金属镍(>99.99%),置于 250mL 锥形烧杯中,加入 10mL 硝酸(3+2),加热溶解完全并蒸至小体积。加入 10mL 硫酸(5.5),蒸至近干,冷却后加入 5mL 盐酸(ρ 1.19g/mL),移入 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 100 μ g 镍。

5.14 镍标准溶液:移取 10.00mL 镍标准贮存溶液(5.13)于 200mL 容量瓶中,加入 5mL 盐酸(1+1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 5 μ g 镍。

6 仪器

分光光度计。

7 分析步骤

7.1 试料

按表 1 称取试样。

表 1

镍 含 量, %	试 料, g
0.000 5~0.002 0	1.000 0
>0.002 0~0.005 0	0.500 0
>0.005 0~0.010	0.200 0

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于 100mL 烧杯中,加入 5mL 硝酸(5.2)待激烈反应后,缓慢加热至试料溶解完全,用少量水洗杯壁,煮沸,驱除氮的氧化物,冷却。

7.3.2 将试液移入 125mL 分液漏斗中(体积约为 20mL),加入 5mL 柠檬酸铵溶液(5.6),混匀。用氨水(5.4)调节 pH9~10,加入 10mL 丁二酮肟乙醇溶液(5.7),混匀,放置 5min,加入 10mL 三氯甲烷(5.1),振荡 1min,静置分层。将有机相移入另一个预先盛有 10mL EDTA 二钠盐溶液(5.10)的 125mL 分液漏斗中。

7.3.3 水相再用 5mL 三氯甲烷(5.1)萃取一次,静置分层,将有机相合并于第二个分液漏斗中,振荡 30s,静置分层。

7.3.4 将有机相放入 100mL 烧杯中,于水浴上蒸干,稍冷,加入 3~5mL 硝酸(5.2)、1mL 高氯酸(5.3)、2mL 硫酸(5.5),加热至冒浓厚白烟,盖上表皿,继续加热破坏有机物,待烧杯内部清彻透明后,移去表皿蒸发至干,稍冷,用少量水淋洗杯壁,加热至盐类溶解。冷却。将试液移入 25mL 比色管中。

7.3.5 加入 2mL 酒石酸钾钠溶液(5.8)、2mL 氢氧化钠溶液(5.9)、2mL 过硫酸铵溶液(5.12)和 5mL 丁二酮肟乙醇溶液(5.11)(每加入一种试剂均需混匀),静置 20min。用水稀释至刻度,混匀。

7.3.6 移取部分试液于 3cm 吸收皿中,以水为参比,于分光光度计波长 470nm 处,测量其吸光度。

7.3.7 减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的镍的质量。

7.4 工作曲线的绘制

7.4.1 移取 0.00,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00mL 镍标准溶液(5.14)置于一组 25mL 比色管中。

7.4.2 按 7.3.5 条进行。

7.4.3 将部分溶液移入 3cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 470nm 处,测量其吸光度。

7.4.4 以吸光度为纵坐标、镍的质量为横坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果的表述

按下式计算镍的百分含量:

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

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的镍的质量, μg ;

m ——试料的质量, g 。

9 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

%

镍 含 量	允 许 差
0.000 5~0.001 0	0.000 3
>0.001 0~0.003 0	0.000 6
>0.003 0~0.005 0	0.000 8
>0.005~0.010	0.001

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所提出。

本标准由葫芦岛锌厂负责起草。

本标准由葫芦岛锌厂起草。

本标准主要起草人赵秀娟。

自本标准实施之日起,GB 3827—83《镉化学分析方法》调整为本行业标准。

镉化学分析方法
火焰原子吸收光谱法测定铅量

YS/T 74.4—94

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镉中铅含量的测定方法。
本标准适用于镉中铅含量的测定。测定范围:0.000 5%~0.055%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定
GB 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

3 编写的基本要求

本标准按照 GB 1.4、GB 1467 和 GB 7728 的规定编写。

4 方法原理

试料以硝酸分解,用氢氧化铁作载体,共沉淀分离镉并富集微量铅。于稀硝酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 283.3nm 处,测量其吸光度。用标准曲线法求得铅含量。铅含量 $\geq 0.01\%$ 的试料,不经共沉淀富集,在稀硝酸介质中直接测定。

5 试剂

- 5.1 氨水($\rho 0.90\text{g/mL}$)。
- 5.2 硝酸(1+1)。
- 5.3 氨水(1+20)。
- 5.4 硝酸铁溶液:称取 28.9g 硝酸铁 $[\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 100mL 硝酸(1+27)中。此溶液 1mL 含 4mg 铁。
- 5.5 铅标准贮存溶液:称取 1.000 0g 表面清洁过的金属铅(99.99%),置于 250mL 烧杯中,加入 20mL 硝酸(5.2),在低温处溶解完全,煮沸驱除氮的氧化物,取下冷却。移入 1 000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 1mg 铅。
- 5.6 铅标准溶液:移取 50.00mL 铅标准贮存溶液(5.5)于 500mL 容量瓶中,加入 10mL 硝酸(5.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 100 μg 铅。
- 5.7 镉盐溶液:称取 10.00g 铅含量小于 0.000 1%的金属镉(99.99%),置于 400mL 烧杯中,分次加入 40mL 硝酸(5.2),待剧烈反应后,加热驱除氮的氧化物,冷却。移入 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 100mg 镉。

6 仪器

原子吸收光谱仪,附铅空心阴极灯。在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者,均可使用。

灵敏度:最高浓度标准溶液的吸光度应大于 0.25。

精密度:测量最高校准溶液的吸光度 10 次,并计算其吸光度平均值和标准偏差。该标准偏差一般不应超过该吸光度平均值的 1.0%~1.5%。测量最低校准溶液(不是“零”校准溶液)的吸光度 10 次,并计算其标准偏差。该标准偏差一般不应超过最高校准溶液平均吸光度的 0.5%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分为五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.90(如果小于 0.90,可适当降低标准溶液的浓度)。

仪器工作条件见附录 A(参考件)。

7 分析步骤

7.1 试料

按表 1 称取试样。

表 1

铅 含 量, %	试 料, g
0.005~0.004	5.000 0
>0.004~0.010	2.000 0
>0.010~0.020	2.000 0
>0.020~0.055	1.000 0

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于 400mL 烧杯中,分次加入 20~40mL 硝酸(5.1),待剧烈反应后,加热至试料溶解完全,驱除氮的氧化物,取下冷却。

7.3.1.1 铅含量大于 0.01%时,将试液(7.3.1)移入 100mL 容量瓶中,用水稀至刻度,混匀。以下按 7.3.4 条进行。

7.3.1.2 铅含量≤0.01%时,于试液(7.3.1)中加入 2mL 硝酸铁溶液(5.4),混匀。加入氨水(5.1)至铁沉淀完全并过量 20mL,煮沸,于低温处放置 30min。用快速定性滤纸过滤,用温热的氨水(5.3)洗涤沉淀和烧杯各 3 次,再用热水各洗 1 次,弃去滤液。用 5mL 热 沸硝酸(5.2)分 3 次溶解沉淀,将滤液接入原烧杯中,用热水洗涤滤纸 6 次。加热滤液,浓缩至约 10mL,取下放冷。移入 25mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.3.2 用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 283.3nm 处,以水调零,与标准溶液系列平行测量试液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铅浓度。

7.4 工作曲线的绘制

7.4.1 铅含量≤0.01%时,移取 0.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00mL 铅标准溶液(5.6),分别置于一组 100mL 容量瓶中,加入 20mL 硝酸(5.2)和 8mL 硝酸铁溶液(5.4),用水稀释至刻度混匀。

7.4.2 在与测量试液相同条件下测定标准溶液的吸光度,减去标准系列中零浓度溶液的吸光度,以吸光度为纵坐标,铅浓度为横坐标,绘制工作曲线。

7.4.3 铅含量大于 0.01%时,移取 0.00,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00mL 铅标准溶液(5.6),分别置于一组 100mL 容量瓶中,加入适量的镉盐溶液(5.7),使镉浓度与试料溶液一致,用水稀释至刻度,混匀,以下按 7.4.2 条进行。

8 分析结果的表述

按下式计算铅的百分含量:

$$Pb(\%) = \frac{(c_1 - c_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中: c_0 ——自工作曲线上查得的空白试液的铅浓度, $\mu\text{g/mL}$;
 c_1 ——自工作曲线上查得的试液的铅浓度, $\mu\text{g/mL}$;
 V ——试液总体积, mL ;
 m ——试料的质量, g 。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值不大于表 2 所列允许差。

表 2		%
铅 含 量	允 许 差	
0.000 5~0.001 0	0.000 2	
>0.001 0~0.002 0	0.000 4	
>0.002 0~0.004 0	0.000 7	
>0.004 0~0.010 0	0.001 0	
>0.010 0~0.020 0	0.002 0	
>0.020 0~0.055 0	0.005 5	

附录 A
仪器工作条件
(参考件)

使用 WFX-1A 型原子吸收光谱仪测量铅的工作条件见表 A1。

表 A1

波 长 nm	灯 电 流 mA	燃烧器高度 mm	空气流量 L/min	乙炔流量 L/min	狭缝宽度 mm
283.3	4.0	6.0	4.5	1.2	0.2

附加说明：
本标准由中国有色金属工业总公司标准计量研究所提出。
本标准由葫芦岛锌厂负责起草。
本标准由白银矿冶研究所起草。
自本标准实施之日起,GB 2129—80《铜中铅量的测定》调整为本行业标准。

中华人民共和国有色金属行业标准

镉化学分析方法
二乙基二硫代氨基甲酸铅
分光光度法测定铜量

YS/T 74.5—94

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镉中铜含量的测定方法。
本标准适用于镉中铜含量的测定。测定范围:0.000 05%~0.025%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定
GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 编写的基本要求

本标准按照 GB 1.4、GB 1467 和 GB 7729 的规定编写。

4 方法原理

在酸性介质中,二价铜与二乙基二硫代氨基甲酸铅(铜试剂铅盐)置换,形成二乙基二硫代氨基甲酸铜的有色配合物,于分光光度计波长 440nm 处,测量其吸光度。
铋小于 20μg 不干扰测定。

5 试剂

- 5.1 硝酸(1+1)。
- 5.2 硝酸(1+10)。
- 5.3 氨水(1+2)。
- 5.4 二乙基二硫代氨基甲酸铅(铜试剂铅盐)三氯甲烷溶液:称取 0.10g 乙酸铅溶于 100mL 水中,加入 5mL 硝酸钾溶液(100g/L)、20mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(5g/L),混匀,移入 500mL 分液漏斗中,加入 250mL 三氯甲烷,振荡 2min,静置分层,将有机相干过滤于 500mL 棕色干燥容量瓶中,以三氯甲烷稀释至刻度,混匀。一周内使用(配制本试剂用水,均需预先煮沸,冷却)。
- 5.5 铜标准贮存溶液:称取 0.100 0g 金属铜(>99.95%)于 200mL 烧杯中,加入 10mL 硝酸(5.1),低温加热至溶解完全。冷却,以水洗表皿及杯壁,移入 1 000mL 容量瓶中,加入 10mL 硝酸(5.1),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 100μg 铜。
- 5.6 铜标准溶液:移取 25.00mL 铜标准贮存溶液(5.5),于 500mL 容量瓶中,加入 5mL 硝酸(5.1),以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 5μg 铜。

6 仪器

分光光度计。

7 分析步骤

7.1 试料

按表 1 称取试样。

表 1

铜含量, %	试料, g	试液总体积, mL	移取试液体积, mL
0.000 05~0.000 30	5.000 0	—	—
>0.000 30~0.001 0	2.000 0	—	—
>0.001 0~0.004 0	0.500 0	—	—
>0.004 0~0.010 0	1.000 0	50	10.00

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 将试料(7.1)置于 250mL 烧杯中,加入 10~30mL 硝酸(5.1),待剧烈反应后,加热至试料完全溶解。低温蒸发至近干,冷却。

7.3.2 以水洗表皿及杯壁,加热溶解盐类,冷却。

7.3.2.1 铜≤0.004 0%时,将试液(7.3.2)移入 125mL 分液漏斗中,加水稀释至 30mL。

7.3.2.2 铜>0.004 0%时,将试液移入 50mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,移取 10.00mL 于 125mL 分液漏斗中,加入 20mL 水。

7.3.3 用氨水(5.3)和硝酸(5.2)调节溶液 pH1~3。

7.3.4 加入 15.0mL 铜试剂铅盐三氯甲烷溶液(5.4),振荡 2min,静置分层。

7.3.5 有机相用脱脂棉干过滤于 2cm 吸收皿中,以三氯甲烷为参比,于分光光度计波长 440nm 处,测量其吸光度。

7.3.6 减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铜的质量。

7.4 工作曲线的绘制

7.4.1 移取 0.00,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00mL 铜标准溶液(5.6)于一组 125mL 分液漏斗中,加水稀释至 30mL。

7.4.2 按 7.3.3~7.3.5 条进行。

7.4.3 减去试剂空白的吸光度,以吸光度为纵坐标,铜的质量为横坐标,绘制工作曲线。

8 分析结果的表述

按下式计算铜的百分含量:

$$Cu(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$