

铝及铝合金化学分析方法  
新亚铜灵分光光度法测定铜量  
GB/T6987.29-2001.

## 1 范围

本标准规定了铝及铝合金中铜含量的测定方法。

本标准适用于铝及铝合金中铜含量的测定。测定范围:0.0005%~0.012%。

## 2 方法提要

试料用盐酸、硝酸溶解,用盐酸羟胺将二价铜离子还原为一价铜离子,于 pH4.5 左右用三氯甲烷萃取新亚铜灵与一价铜离子形成的有色络合物,于分光光度计波长 460nm 处测量其吸光度。

## 3 试剂

3.1 氢氟酸( $\rho$  1.14g/L)

3.2 盐酸(1+1)

3.3 硝酸(1+1)

3.4 硫酸(1+1)

3.5 氨水(1+1)

3.6 刚果红试纸。

3.7 盐酸羟胺溶液(100g/L)

3.8 柠檬酸铵溶液(500g/L)

3.9 新亚铜灵乙醇溶液(1g/L):称取 0.1g 2,9-二甲基-1,10-菲啉,于无水乙醇中,用无水乙醇稀释至 100mL (放置过夜)。

3.10 三氯甲烷

3.11 铜标准贮存溶液:称取 1.0000g 电解铜(纯度>99.95%),置于预先盛有 20mL 水和 10mL 硝酸(3.3)的 400mL 烧杯中,盖上表面皿,待溶解完全后,置于水浴上蒸发至结晶开始析出,用水溶解,移入 1000mL 容量瓶中,混匀。此溶液 1mL 含 1mg 铜。..

3.12 铜标准溶液:移取 50.00mL 铜标准贮存溶液(3.11)置于 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 0.1mg 铜。

3.13 铜标准溶液:移取 50.00mL 铜标准贮存溶液(3.12)置于 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1mL 含 0.01mg 铜。

## 4 仪器

分光光度计。

## 5 试样

将试样加工成厚度不大于 1mm 的碎屑。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 0.5000g 试样,精确至 0.0001g。

### 6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

### 6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 250 mL 烧杯中,加入 5mL 水,15mL 盐酸(3.2)。待试料溶解完全后加入 2mL 硝酸(3.3),加热煮沸 2min~3min,驱除氮的氧化物(空白蒸发至 2mL 左右),用少量

水洗杯壁冷却至室温。以慢速滤纸过滤(如清亮可不过滤)。用热盐酸(3.2)洗涤滤纸和残渣 8 次~10 次。收集滤液和洗液于 400mL 烧杯中, 如有大量残渣, 将滤纸连同残渣置于铂坩锅中, 烘干后于 550℃灰化完全(不要燃烧), 冷却。加入 2mL 硫酸(3.4), 5mL 氢氟酸(3.1), 逐滴滴入硝酸(3.3)至溶液清亮。加热蒸发至冒硫酸烟, 于 700℃灼烧 10min(不超过 700℃), 冷却。加入 1mL~2mL 盐酸(3.2)和数毫升水, 加热使沉淀完全溶解(如浑浊需过滤), 将此溶液合并于主试液中。

6.4.2 在试液中加入 8mL 柠檬酸铵溶液(3.8), 5mL 盐酸羟胺溶液(3.7), 混匀, 加入 5mL 新亚铜灵乙醇溶液(3.9), 投入一小块刚果红试纸, 用氨水(3.5), 调到刚果红试纸变色后, 再继续用 pH 试纸小心调至 pH4.5 左右, 将试液移入分液漏斗中, 使体积约 60mL~70mL, 加入 10.00mL 三氯甲烷(3.10)萃取 2min。

6.4.3 将有机相的部分试液移入 1cm 吸收池中, 以三氯甲烷(3.10)作参比, 于分光光度计在波长 460nm 处测量其吸光度, 将所测得吸光度减去空白试验溶液的吸光度后, 从工作曲线上查得相应的铜量。

### 6.5 工作曲线的绘制

移取 0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00mL 铜标准溶液(3.13)于一组 250mL 烧杯中, 各加入 20 mL 水和 3mL 盐酸(3.2), 混匀。以下按 6.4.2 进行, 无需调整 pH 值, 以试剂空白溶液(未加铜标准溶液者)为参比, 于分光光度计在波长 460nm 处测量其吸光度。以铜量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

### 7 分析结果的表述

按式(1)计算铜的质量分数:

$$w(\text{Cu}) = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: w(Cu)——铜的质量分数;  
 $m_1$ ——从工作曲线上查得的铜量, mg;  
 $m_0$ ——试料的质量, g。

### 8. 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差

表 1

铜的质量分数	允许差
0.0005~0.0010	0.0002
>0.0010~0.0025	0.0004
>0.0025~0.0050	0.0007
>0.0050~0.0080	0.0010
>0.0080~0.0120	0.0015