

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 536.1—2009
代替 YS/T 536.1—2006

铋化学分析方法 铜量的测定 双乙醛草酰二腙分光光度法

Methods for chemical analysis of bismuth—
Determination of copper content—
Bis-acetaldehyde-oxalyldihydrazone photometric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 536—2009《铋化学分析方法》分为 13 个部分：

- YS/T 536.1 铋化学分析方法 铜量的测定 双乙醛草酰二脲分光光度法；
- YS/T 536.2 铋化学分析方法 铁量的测定 电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.3 铋化学分析方法 铈量的测定 孔雀绿分光光度法；
- YS/T 536.4 铋化学分析方法 银量的测定 火焰原子吸收光谱法和电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.5 铋化学分析方法 锌量的测定 固液萃取分离-火焰原子吸收光谱法；
- YS/T 536.6 铋化学分析方法 铅量的测定 电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.7 铋化学分析方法 砷量的测定 原子荧光光谱法；
- YS/T 536.8 铋化学分析方法 氯量的测定 硫氰酸汞分光光度法；
- YS/T 536.9 铋化学分析方法 碲量的测定 砷共沉淀-示波极谱法；
- YS/T 536.10 铋化学分析方法 锡量的测定 铍共沉淀-分光光度法；
- YS/T 536.11 铋化学分析方法 汞量的测定 原子荧光光谱法；
- YS/T 536.12 铋化学分析方法 镍量的测定 电热原子吸收光谱法；
- YS/T 536.13 铋化学分析方法 镉量的测定 电热原子吸收光谱法。

本部分为第 1 部分。

本部分代替 YS/T 536.1—2006(原 GB/T 8220.1—1998)《铋化学分析方法 双乙醛草酰二脲分光光度法测定铜量》。与 YS/T 536.1—2006 相比,本部分主要有如下变动：

- 补充了精密度、质量保证和控制条款；
- 对文本格式进行了修改。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由株洲冶炼集团股份有限公司负责起草。

本部分由株洲冶炼集团股份有限公司起草。

本部分由白银有色集团有限公司、湖南辰州矿业有限责任公司参加起草。

本部分主要起草人:姜晴、向德磊。

本部分主要验证人:武逸云、王皓麟、吴少波。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 536.1—2006。

铋化学分析方法 铜量的测定

双乙醛草酰二脲分光光度法

1 范围

本部分规定了铋中铜量的测定。

本部分适用于铋中铜量的测定。测定范围(质量分数):0.000 2%~0.004%。

2 方法提要

试料经硝酸分解。在 pH8~pH10 氨性介质中,以柠檬酸铵掩蔽主体铋,双乙醛草酰二脲(由双环己酮草酰二脲和乙醛反应生成)与铜形成稳定的紫红色络合物,于分光光度计波长 540 nm 处测定其吸光度。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.1.2 乙醛溶液(40%)。

3.2 溶液

3.2.1 硝酸(1+1)。

3.2.2 柠檬酸铵溶液(300 g/L)。

3.2.3 双环己酮草酰二脲(BCO)溶液(2 g/L):称取 1.0 g 双环己酮草酰二脲(BCO)置于 500 mL 烧杯中,加入 100 mL 无水乙醇、200 mL 50 ℃左右的水,搅拌溶解完全。移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.2.4 缓冲溶液(pH9.2):称取 54 g 氯化铵溶于水,加入 63 mL 氨水(3.1.1),用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.2.5 中性红乙醇溶液(0.2 g/L)。

3.3 标准溶液

3.3.1 铜标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 铜(铜的质量分数 \geq 99.99%),置于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 硝酸(3.2.1),加热溶解,驱除氮的氧化物,取下,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.2.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铜。

3.3.2 铜标准溶液 A:移取 5.00 mL 铜标准贮存溶液(3.3.1)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μ g 铜。

3.3.3 铜标准溶液 B:移取 2.00 mL 铜标准贮存溶液(3.3.1)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2 μ g 铜。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。