

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法  
铜试剂分光光度法测定铜量

GB/T 4698.1—1996

代替 GB 4698.1—84

Sponge titanium, titanium and titanium  
alloys—Determination of copper content  
—Diethyldithiocarbamate spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钛合金中铜含量的测定方法。

本标准适用于钛合金中铜含量的测定。测定范围:0.10%~5.00%。

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 方法原理

试料用硫酸溶解,以柠檬酸络合钛,在氨性介质中有保护胶存在下,铜与铜试剂生成棕黄色胶体悬浮物,于分光光度计波长 445 nm 处测其吸光度。

显色液中含有 0.1 mg 以上的铬对测定有正干扰,可在测量吸光度的参比溶液中加入相应量的铬,消除其干扰。

4 试剂

4.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/ml)。

4.2 氨水( $\rho$ 0.90 g/ml)。

4.3 硫酸(1+1)。

4.4 柠檬酸溶液(100 g/L)。

4.5 阿拉伯树胶溶液(5 g/L)。加热溶解,用时配制。

4.6 二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂)溶液(5 g/L)。

4.7 铜标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铜( $\geq$ 99.95%)于 400 ml 烧杯中,加入 20 ml 硝酸(1+1),加热溶解并蒸发至近干,加入 10 ml 硫酸(4.3),加热蒸发至冒硫酸烟,冷却。加入 50 ml 水。煮沸至盐类溶解,冷却,移入 1 000 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 ml 含 1 mg 铜。

4.8 铜标准溶液:移取 10.00 ml 铜标准贮存溶液(4.7)于 100 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 ml 含 100  $\mu$ g 铜。

4.9 铬标准溶液:称取 0.100 g 金属铬( $\geq$ 99.9%)于 150 ml 烧杯中,加入 10 ml 盐酸( $\rho$ 1.19 g/ml),加热溶解,加入 5 ml 硫酸(4.3),蒸发至冒硫酸烟,冷却,加入 50 ml 水,混匀,冷却。移入 100 ml 容量瓶中,

国家技术监督局 1996-11-04 批准

1997-04-01 实施

用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 ml 含 1 mg 铬。

## 5 仪器

分光光度计。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

铜含量, %	试料量, g	试液总体积, ml	分取试液体积, ml
0.10~0.50	0.500 0	100	10.00
>0.50~2.00	0.500 0	250	5.00
>2.00~5.00	0.200 0	250	5.00

### 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 200 ml 烧杯中,加入 40 ml 硫酸(4.3),加热至试料溶解。滴加硝酸(4.1)至溶液紫色消失,加热煮沸除去氮的氧化物,冷却。

6.3.2 按表 1 将溶液移入适当的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。按表 1 分取部分试液于 100 ml 容量瓶中。

6.3.3 加水至约 50 ml,加入 10 ml 柠檬酸溶液(4.4)、10 ml 氨水(4.2)、10 ml 阿拉伯胶溶液(4.5),混匀。加入 10 ml 铜试剂溶液(4.6),用水稀释至刻度,混匀。

#### 6.3.4 参比溶液:

6.3.4.1 如果分取试液中含铬不大于 0.1 mg,以空白试验溶液为参比溶液。

6.3.4.2 如果分取试液中含铬大于 0.1 mg,则在空白试验溶液稀释至刻度前,加入铬标准溶液(4.9),使其含铬量与分取试液中含铬量相同,再以水稀释至刻度,混匀。

6.3.5 将部分溶液移入 2 cm 吸收皿中,以参比溶液(6.3.4)为参比,于分光光度计波长 445 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查得相应的铜量。

### 6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50 ml 铜标准溶液(4.8)分别置于一组 100 ml 容量瓶中,以下按 6.3.3 条进行。

6.4.2 将部分溶液移入 2 cm 吸收皿中,以标准系列中零浓度溶液为参比,于分光光度计波长 445 nm 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 分析结果的计算与表述

按下式计算铜的百分含量:

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

式中:  $m_1$ ——从工作曲线上查得的铜量,  $\mu\text{g}$ ;

$V_0$ ——试液总体积, ml;

$V_1$ ——分取试液体积, ml;

$m_0$ ——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2所列允许差。

表2 允许差 %

铜含量	允许差
0.10~0.40	0.04
>0.40~1.00	0.08
>1.00~3.00	0.12
>3.00~5.00	0.20

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北有色金属研究院负责起草。

本标准由西北有色金属研究院起草。

本标准主要起草人王彦君、郑炎官。