

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 74.5—2010
代替 YS/T 74.5—1994

镉化学分析方法 第 5 部分：铜量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法

Methods for chemical analysis of cadmium—
Part 5: Determination of copper content—
Lead diethyldithio-carbamate spectrophotometry

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

前 言

YS/T 74—2010《镉化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 2 部分：铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 3 部分：镍量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：铜量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法；
- 第 6 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 8 部分：铊量的测定 结晶紫分光光度法；
- 第 9 部分：锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 10 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：砷、铈、镍、铅、铜、锌、铁、铊、锡和银量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 5 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 74.5—1994《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》，本部分与原标准相比，主要变化如下：

- 对文本格式进行了修改；
- 补充了精密度、质量保证和控制条款；
- 增加了警告性提示；
- 增加了试验报告条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分参加起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、河南豫光金铅股份有限公司、陕西东岭冶炼有限公司。

本部分主要起草人：刘丽敏、宋秀丽、李遵义、左红毅、杨林娟、杨艳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 74.5—1994；
- GB/T 2130—1980。

镉化学分析方法

第 5 部分:铜量的测定

二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法

警告——使用有机试剂时建议戴口罩,在通风设施良好的地方操作。

1 范围

YS/T 74 的本部分规定了镉中铜量的测定方法。

本部分适用于镉中铜量的测定。测定范围:0.000 05%~0.025%。

2 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 440 nm 处,测量其吸光度。

显色溶液中铍小于 20 μg 不干扰测定。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

3.1 乙酸铅。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.3 氨水(ρ 0.90 g/mL),优级纯。

3.4 硝酸(1+1)。

3.5 硝酸(1+10)。

3.6 氨水(1+2)。

3.7 二乙基二硫代氨基甲酸铅(铜试剂铅盐)-三氯甲烷溶液:称取 0.10 g 乙酸铅(3.1)溶于 100 mL 水中,加入 5 mL 硝酸钾溶液(100 g/L)、20 mL 二乙基二硫代氨基甲酸钠溶液(5 g/L),混匀。移入 500 mL 分液漏斗中,加入 250 mL 三氯甲烷,振荡 2 min,静置分层,将有机相于过滤于 500 mL 棕色干燥容量瓶中,用三氯甲烷稀释至刻度,混匀。一周内使用(本溶液用水,需预先煮沸,冷却至室温)。

3.8 铜标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铜($w_{\text{Cu}} > 99.99\%$)于 200 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.4),低温加热至溶解完全,冷却,用水洗表皿及杯壁,移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.4),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 100 μg 铜。

3.9 铜标准溶液:移取 25.00 mL 铜标准贮存溶液(3.8)于 500 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸(3.4)以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含有 5 μg 铜。

4 仪器

分光光度计。