

HB

中华人民共和国航空行业标准

FL 0140

HB/Z 5087.6-2004

酸性电镀铜溶液分析方法 第 6 部分：分光光度法测定砷的含量

Methods for analysis of acid plating copper solutions
part6: Determination of arsenic content by
spectrophotometric method

2004-02-16 发布

2004-06-01 实施

国防科学技术工业委员会 发布

前 言

HB/Z 5087《酸性电镀铜溶液分析方法》分为七个部分：

- a) 第 1 部分:EDTA 容量法测定硫酸铜的含量；
- b) 第 2 部分:电位滴定法测定硫酸铜的含量；
- c) 第 3 部分:电位滴定法测定硫酸的含量；
- d) 第 4 部分:原子吸收光谱法测定铁的含量；
- e) 第 5 部分:原子吸收光谱法测定硫酸镍的含量；
- f) 第 6 部分:分光光度法测定砷的含量；
- g) 第 7 部分:原子吸收光谱法测定铈的含量。

本部分为 HB/Z 5087 的第 6 部分。本部分是按工艺标准 HB/Z 5069 的要求新增加的分析方法。

本部分由中国航空工业第二集团公司提出。

本部分由中国航空综合技术研究所、北京航空材料研究院归口。

本部分主要起草单位:122 厂。

本部分主要起草人:张宪廷、王振林、张立民。

HB/Z 5087 于 1978 年首次发布。

酸性电镀铜溶液分析方法

第6部分:分光光度法测定砷的含量

1 范围

本部分规定了采用二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法测定酸性电镀铜溶液中砷含量的原理、试剂、仪器、分析步骤及分析结果的计算。

本部分适用于酸性电镀铜溶液中砷含量的测定。

测量范围:不大于0.05g/L。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包含勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

HB 5421 金属材料化学成分分析方法总则及一般规定

3 原理

在硫酸酸性介质中,用碘化钾和氯化亚锡将五价砷还原为三价砷。锌粒与酸作用生成新生态氢。三价砷与新生态氢作用生成砷化氢气体,用二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙醇胺的三氯甲烷溶液吸收砷化氢,生成红色胶体银。以试剂空白为参比液,于530nm波长处测量吸光度,从工作曲线上查得砷的质量。

氯化亚锡、碘化钾可消除铋盐的干扰;酒石酸可消除铜、镍、铁的干扰。当干扰元素含量超出酸性电镀铜溶液范围时可适当增加掩蔽剂用量。硫化物对测定有干扰,可通过乙酸铅脱脂棉消除。

4 试剂与材料

4.1 二乙基二硫代氨基甲酸银($C_5H_{10}NS_2Ag$)。

4.2 三乙醇胺。

4.3 三氯甲烷。

4.4 无砷锌粒: $\phi 2mm \sim \phi 5mm$ 。

4.5 酒石酸。

4.6 盐酸: ρ 约1.19g/mL。

4.7 氢氧化钠:200g/L。

4.8 硫酸:1+1。

4.9 碘化钾溶液:150g/L。

4.10 氯化亚锡溶液:400g/L。称取40g氯化亚锡溶于40mL盐酸(4.6)中,溶液澄清后,以水稀释至100mL,加入数粒金属锡($\geq 99.96\%$),贮存于冰箱内或用时现配。

4.11 二乙基二硫代氨基甲酸银-三乙醇胺-三氯甲烷吸收液:5g/L。称取0.25g的二乙基二硫代氨基甲酸银(4.1),用少量三氯甲烷(4.3)调成糊状,加入15mL三乙醇胺(4.2)和485mL三氯甲烷(4.3),充分振荡使其溶解为止。静置于暗处24h后,倾出上层清液或用定性滤纸过滤,移入棕色试剂瓶中,避光存放或贮存于冰箱内。

- 4.12 乙酸铅溶液:100g/L。
- 4.13 砷标准储备溶液:1mg/mL。称取0.1312g于105℃~110℃烘干至恒重的三氧化二砷,溶于5mL氢氧化钠溶液(4.7)中,溶解后加入20mL硫酸(4.8),移入100mL容量瓶中,以水稀释至刻度。
- 4.14 砷标准溶液:10μg/mL。量取1.00mL砷标准储备溶液(4.13)于100mL容量瓶中,以水稀释至刻度。用时现配。
- 4.15 乙酸铅脱脂棉:将10g脱脂棉浸于100mL乙酸铅溶液(4.12)中,浸透后取出置于表面皿中,在室温下风干,备用。

5 仪器

5.1 分光光度计

分光光度计的性能及操作应符合GB/T 7729的要求。

5.2 砷化氢发生与吸收装置

- 5.2.1 砷化氢发生瓶:容量为150mL,带磨口玻璃接头的锥形瓶。
- 5.2.2 导气管:一端带有磨口接头,并有一球形泡[内装乙酸铅脱脂棉(4.15)],一端毛细管直径不大于1mm。
- 5.2.3 吸收管:内径为8mm,具5.00mL刻度的磨口接头试管。

6 分析步骤

6.1 测量溶液的制备

- 6.1.1 量取1.00mL试验溶液于100mL容量瓶中,以水稀释至刻度。
- 6.1.2 量取50.00mL上述溶液(6.1.1)于砷化氢发生瓶(5.2.1)中。

6.2 试样测定

- 6.2.1 于砷化氢发生瓶(6.1.2)中,加5mL硫酸(4.8)、1.5g酒石酸(4.5),溶解完全,摇匀。加5mL碘化钾溶液(4.9)、3mL氯化亚锡溶液(4.10),摇匀,放置15min。
- 6.2.2 取5.00mL吸收液(4.11)于吸收管(5.2.3)中,插入导气管(5.2.2)。
- 6.2.3 将5g无砷锌粒(4.4)置入砷化氢发生瓶(5.2.1)中,立即将导气管(5.2.2)与发生瓶连接,确保反应器密闭。室温下,静止反应1h,使砷化氢完全释出。加三氯甲烷(4.3)将吸收液体积补足至5.00mL,摇匀。
- 6.2.4 用1cm比色皿,试剂空白为参比液,于530nm波长处,测量吸收液的吸光度,从工作曲线上查得砷的质量。

6.3 工作曲线的绘制

于5个砷化氢发生瓶中,依次加入0、1.00、3.00、5.00、7.00mL砷标准溶液(4.14)、8mL硫酸(4.8),加水至体积50mL,以下操作同6.2,以其吸光度与砷的质量绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算砷(As)的含量W,数值以克每升(g/L)表示:

$$W = \frac{m \times 10^{-3}}{V} \dots \dots \dots (1)$$

式中:

- m——从工作曲线上查得的砷的质量,单位为微克(μg);
- V——测量时试验溶液的体积,单位为毫升(mL)。

8 质量控制与要求

本部分在实施中应遵守 HB 5421 的有关规定。

