

前 言

本标准参照法国宇航公司 MP 62.11.50 和美国波音公司 D 6-34766, 并结合航空工业表面处理溶液的实际情况编制而成。一些分析方法采用了电位滴定法, 并对原航标中测量范围、试剂等做了必要修改。

本标准由中国航空工业总公司航空材料热工艺标准化技术归口单位提出并归口。

本标准主要起草单位: 122 厂、172 厂、182 厂。

本标准主要起草人: 张宪廷、张文政、张立民、陆林、张振龙、杨晓萍、刘颖。

本标准从生效之日起同时代替 HB/Z 5085-78。

本标准首次发布于 1978 年。

氰化电镀镉溶液分析方法
原子吸收光谱法测定铜的含量

HB/Z 5085.8—1999

1 范围

本标准规定了采用原子吸收光谱法测定氰化电镀镉溶液中铜含量的方法原理、试剂、仪器、分析步骤及分析结果的计算。

本标准适用于氰化电镀镉溶液中铜含量的测定。

测量范围:0.50~1.50g/L。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。在标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

HB/Z 5068—92 电镀锌、电镀镉工艺

3 方法原理

氰化电镀镉溶液经加入硝酸、硫酸除氰处理后,加盐酸稀释至一定体积的盐酸溶液。采用铜空心阴极灯,于324.7nm波长处,在空气-乙炔贫燃火焰中测量铜的吸光度,从工作曲线上查得铜的质量。

4 试剂

4.1 硫酸: ρ 1.84g/ml。

4.2 硝酸:1+1。

4.3 盐酸:1+1。

4.4 铜标准溶液:0.1mg/ml。称取0.1000g纯铜(99.99%),置于250ml烧杯中,加硝酸(4.2)20ml。微热至完全溶解,煮沸,冷却至室温,将其移入1000ml容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

4.5 氰化电镀镉溶液:配制按HB/Z 5068进行。

5 仪器

5.1 原子吸收分光光度计

测量应在仪器处于最佳条件下进行。凡能达到下列指标的原子吸收分光光度计均可使用:

- 最低灵敏度:绘制工作曲线所用最高浓度标准溶液的吸光度应不低于 0.30;
- 工作曲线的线性:绘制工作曲线所用数个等间隔的标准溶液中,最高与次高浓度标准溶液的吸光度之差和最低与零浓度标准溶液的吸光度之差相比应不小于 0.7;
- 最低精密度:绘制工作曲线所用最高浓度标准溶液经 10 次测量所得吸光度的相对标准偏差应不大于 1.5%。

5.2 铜空心阴极灯

6 分析步骤

6.1 试验溶液的制备

6.1.1 取 5.00ml 试验溶液于 250ml 锥型瓶中,于通风橱内加硝酸(4.2)5ml、硫酸(4.1)5ml。加热至冒白色浓烟 2~3min,冷却至室温加水溶解盐类,将其移入 100ml 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

6.1.2 取 5.00ml(6.1.1)溶液于 100ml 容量瓶中,加盐酸(4.3)20ml,以水稀释至刻度,摇匀。

6.2 测量

在原子吸收分光光度计上采用铜空心阴极灯,于 324.7nm 波长处,在空气-乙炔贫燃火焰中,以“零”校准溶液(7.2)调零,依次测量校准溶液和试验溶液的吸光度,从工作曲线上查得试验溶液中铜的质量。

7 工作曲线的绘制

7.1 取 5.00ml 氰化电镀镉溶液(4.5)于 250ml 锥型瓶中,以下操作同 6.1.1。

7.2 分别移取 5.00ml(7.1)溶液置于六个 100ml 容量瓶中,依次加入 0.00,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00ml 铜标准溶液(4.4),加盐酸(4.3)20ml,以水稀释至刻度摇匀,按 6.2 测量吸光度。

7.3 用六个校准溶液的吸光度对其质量绘制工作曲线。

8 分析结果的计算

按(1)式计算铜的含量:

$$\text{Cu(g/L)} = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中: m ——从工作曲线上查得铜的质量,mg;

V ——测量时试验溶液的体积,ml。