

铜电解液中铜的快速自动分析^①

毛暗章 徐金华 谭爱民 邱冠周 冯其明

(中南工业大学矿物工程系, 长沙 410083)

摘 要 研究了铜电解液中高含量铜的光度分析。直接利用水合铜离子的蓝色, 双波长扣除试样浑浊干扰; 标样以硫酸为介质消除硫酸根干扰; 于标样中加入定量的镍, 并选择适当的波长克服镍的干扰。实现了贵溪冶炼厂铜电解液中铜(30~60 g/L)的自动快速分析, 240次进样/h, 结果令人满意。

关键词 铜 铜电解液 自动快速分析

铜电解液中铜含量高, 一般是30~60 g/L, 同时还含有镍。有人^[1]研究过铜离子蓝色直接比色测定, 本实验利用水合铜离子的蓝色, 采用微机技术^[2], 对试样进行吸光度测定分析, 比起传统的碘量法, 它有着节省试剂、节省人力、快速地得到分析结果的优点。

电解工艺要求在电解液中加入硫脲、骨胶等添加剂, 它们的加入使得电解液呈现出白色浑浊, 严重干扰直接的吸光度测定分析。基于白色浑浊在一定波长范围内吸收基本不变化, 故采用了双波长法扣除浑浊的干扰。电解液中有镍, 水合镍离子是绿色的, 干扰铜的吸光度测定。但试样中镍含量相当稳定(贵溪冶炼厂电解液中镍含量为 5 ± 1 g/L), 故在标样中加入一定量的镍, 抵消测定误差。实验发现硫酸根对铜离子的吸光度有影响, 标样配成约1.8 mol/L的硫酸介质。考虑到铜含量一般大于30 g/L, 以25 g/L左右的铜标样作为参比液来调节仪器的100%透过率。采用一元二次非线性数学模型拟定工作曲线, 克服仪器原理上的某些工作曲线变弯的因素。上述方法在现场使用取得了满意的效果。

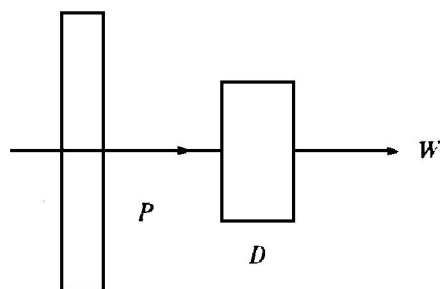
1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

自动分析光度仪(专利产品, CN28052), 蠕动泵(沈阳肇发自动分析研究所)。CuSO₄标准溶液: 称取一定量的CuSO₄·5H₂O, 配成100 g/L铜离子浓度的溶液, 碘量法标定。NiSO₄·7H₂O溶液: 称取一定量的NiSO₄·7H₂O, 配成100 g/L镍离子浓度的溶液。工作曲线CuSO₄标准溶液系列: 取六个200 mL的烧杯及六个50 mL的容量瓶, 分别移取上述铜标准液12.5、15.0、17.5、20.0、22.5、25.0 mL于6个容量瓶中, 再各加入2.5 mL上述镍液。6个烧杯中各加入15 mL蒸馏水, 并在搅拌下各缓慢加入5.0 mL浓H₂SO₄。待其冷却后全部对应分别转入6个容量瓶中, 定容摇匀。系列标准液含镍5 g/L, 约1.8 mol/L H₂SO₄介质。

1.2 实验方法

实验装置原理如下图:



P—蠕动泵(受D程控);

D—自动分析光度仪; W—废液

① 收稿日期: 1995-06-08; 修回日期: 1995-09-25 毛暗章, 男, 28岁, 博士生

试样及标准溶液经蠕动泵泵管吸入, 并被推向自动分析光度仪, 具体步骤如下:

(1) 泵入 25 g/L 左右的标样校正仪器 100% 透过率; (2) 依次泵入其余标样, 输入标样浓度, 以便自动分析光度仪拟合出工作曲线; (3) 泵入样品, 仪器自动报出分析结果, 显示和打印。

2 结果与讨论

2.1 干扰及其消除

实验发现, 硫酸介质对水合铜离子的吸收产生干扰, 硫酸浓度为 0、1.08、1.44、1.80、2.16 mol/L 时, 测定结果依次为 40.2、39.1、38.8、38.8、38.8 g/L。本实验采用 1.8 mol/L 的硫酸介质以克服样品硫酸介质(2 mol/L 左右)的干扰。

铜电解液中常含一定量的镍, 贵溪冶炼厂镍含量稳定在 5 g/L 左右, 故标样中引入 5 g/L 的镍。在所选择的光源下, 每 ± 1 g/L 的镍给铜带来 ± 0.2 g/L 的系统误差。

硫脲、骨胶是铜电解液的添加剂, 酸性条

件下铜与硫脲生成白色络合物浑浊(静置一段时间, 部分悬浮浑浊物沉至底部)。采用双波长法扣除, 因为浑浊在两个波长下($\lambda_1 = 660$ nm, $\lambda_2 = 540$ nm)的吸收基本相等。

2.2 测定结果

实验使用贵溪冶炼厂实际样品对分析结果的精密度、准确度作了如下考查(见附表)。对同一试样重复测定 13 次, 变异系数为 0.23%, 试样含铜量 40.2 g/L。

附表 贵溪冶炼厂样品分析结果比较

样品号	本法测定结果/ $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$	碘量法测定结果/ $\text{g} \cdot \text{L}^{-1}$
1	42.9	43.2
2	44.7	44.7
3	43.0	42.9
4	41.0	41.0
5	34.9	34.7
6	47.5	47.6
7	37.1	37.2

参考文献

- 1 李万春, 符 斌. 见: 第三届全国流动注射分析学术报告会论文摘要. 北京: 中国有色金属分析情报网, 1991: 28.
- 2 黄家林等. CN38052. 1991.

RAPID AUTOMATIC ANALYSIS OF COPPER IN COPPER ELECTROLYTE

Mao Anzhang, Xu Jinhua, Tan Aimin, Qiu Guanzhou, Feng Qiming

Department of Mineral Engineering,

Central South University of Technology, Changsha 410083

ABSTRACT Highly concentrated copper in electrolyte was determined automatically and rapidly by a spectrophotometry based on the color of the hydrated copper ion. The interference of turbidness which is caused by thiourea and bone glue was corrected by dual wavelength measurement. The interference of SO_4^{2-} was corrected by adding H_2SO_4 to the standard solution. The hydrated nickel ion interferes in the determination of copper because it is green. NiSO_4 was added to the standard solution in order to eliminate this interference, since the content of nickel in copper electrolyte is relatively constant. The method has been used successfully at Guixi Smelter. Loading frequency of 240 samples per hour was obtained.

Key words copper copper electrolyte rapid automatic analysis

(编辑 吴家泉)