

•测试与分析•

# 乙酸丁酯萃取法测定 EMD 中痕量铜

刘 燕

(国家轻工业电池质量监督检测中心,江苏 苏州 215006)

摘要:建立无汞碱性锌锰电池用 EMD 中铜的测定方法,在 pH 值为 6.8~8.4 及酒石酸铵存在下,1-亚硝基-2-萘酚和试液中铜形成络合物,用乙酸丁酯萃取,用原子吸收光谱法测定痕量铜。回收率为 89%~95%,RSD 为 1.52%,结果满意。

关键词:EMD; 萃取; 铜; 测定

中图分类号:TM911.1 文献标识码:A 文章编号:1001-1579(2004)05-0386-02

## Determination of trace copper in EMD with n butyl acetate extraction method

LIU Yan

(Battery Quality Supervision and Inspection Center of Light Industry of China, Suzhou, Jiangsu 215006, China)

**Abstract:** A method for the determination of copper in electrolytic manganese dioxide (EMD) for mercury-free alkaline Zn/MnO<sub>2</sub> battery was established. At the pH value of 6.8~8.4 and presence of ammonium tartrate, 1-nitroso-2-naphthol reacted with copper in the solution to form Cu complex. The complex was extracted by using n-butyl acetate. The trace absorption spectrometric method was adapted to the determination of atomic copper. The recovery of Cu was from 89% to 95% with RSD of 1.52%, the result was satisfied.

**Key words:** electrolytic manganese dioxide; extraction; copper; determination

电解二氧化锰(EMD)中的铜能腐蚀锌负极,引起电池穿孔、漏液和容量下降,严重影响电池使用寿命<sup>[1]</sup>。无汞碱性锌锰电池生产厂家要求 EMD 中铜含量由原来 10 μg/g<sup>[2]</sup>下降至 5 μg/g。目前报道的关于用原子吸收光谱法直接测定其中铜含量的方法灵敏度低,已不能满足要求。

本文作者探讨了无汞碱性锌锰电池用 EMD 中铜的测定。1-亚硝基-2-萘酚(NNP)与试液中铜络合稳定常数  $\lg\beta$  为 12.52,而与锰的络合稳定常数  $\lg\beta$  为 7.10<sup>[3]</sup>,因此在 pH 值为 6.8~8.4 的介质中,NNP 优先与铜形成稳定的络合物,与大量的锰分离,然后用乙酸丁酯萃取 NNP-铜络合物,采用原子吸收光谱法对有机相中铜进行测定。在碱性介质中,锰易被空气氧化,生成沉淀,加入酒石酸铵可消除其影响。由于在该体系中,铁含量在 1~50 mg/25 ml 时对铜的测定会产生一恒定的影响,因此对于标准和铁含量较低的样品,应加入一定量的铁<sup>[4]</sup>。

## 1 实验

### 1.1 仪器与工作条件

岛津 AA 670 型原子吸收分光光度计工作条件见表 1。

表 1 原子吸收分光光度计的工作条件

Table 1 Work condition of atomic absorption spectrophotometer

元素 Element	波长 / nm Wave length	灯电流 / mA Lamp current	狭缝 / nm Slit	燃烧头 高度 / mm Burner head height	空气流量 / L·min <sup>-1</sup> Air flow rate	乙炔流量 / L·min <sup>-1</sup> C <sub>2</sub> H <sub>2</sub> flow rate
铜	324.8	3	0.5	6	8	1.5

### 1.2 试剂与标准溶液

在实验中,所使用到的盐酸、硝酸和氨水均为优级纯,其他未说明的试剂为分析纯,使用蒸馏水、去离子水或相当纯度的水。

1 mg/ml NNP: 称取 0.1 g NNP 于烧杯中,准确加入氨水(1:1) 5.0 ml,搅碎后,再加 95 ml 水微热溶解,冷却后,过滤使用。现配现用。

1 mg/ml 铁溶液: 称取金属铁 (>99.9%) 1 g,精确至 1 mg,置于烧杯中,加硝酸(1:1) 20 ml,加热溶解,煮沸,驱除氮的氧化物,取下冷却,移入 1 000 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

作者简介:

刘燕(1970-),女,江西人,国家轻工业电池质量监督检测中心工程师,研究方向:电池材料分析。