

UDC 669.3 : 543.06
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 13293.11—91

高纯阴极铜化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量

Higher purity copper cathode—
Determination of silicon content—
Molybdenum blue spectrophotometric method

1991-12-14 发布

1992-10-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

高纯阴极铜化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量

GB/T 13293.11—91

Higher purity copper cathode—
Determination of silicon content—
Molybdenum blue spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了高纯阴极铜中硅含量的测定方法。

本标准适用于高纯阴极铜中硅含量的测定。测定范围:0.000 1%~0.002%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试料用硝酸溶解并蒸至稠浆状,加入氢氟酸溶解不溶性二氧化硅,用硫酸铝钾络合过量的氟离子。在 pH1.0~1.5 范围内,硅与钼酸铵生成硅钼黄杂多酸,于硫酸介质中用正丁醇萃取,有机相用硫酸联胺和氯化亚锡将硅钼黄还原成硅钼蓝,于分光光度计波长 630 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

制备溶液和分析用水均为 2 次蒸馏水。试剂配制后均贮存于塑料瓶中。

4.1 正丁醇。

4.2 无水乙醇。

4.3 硝酸(1+1),高纯。

4.4 硝酸(1+6),高纯。

4.5 硫酸(1+3),高纯。

4.6 氨水(1+1),高纯。

4.7 氢氟酸(1+1),高纯。

4.8 硫酸铝钾(150 g/L)。

4.9 钼酸铵(100 g/L),高纯。

4.10 硫酸联胺溶液(2.5 g/L):0.25 g 硫酸联胺溶于 100 mL 硫酸[$c(1/2H_2SO_4)=0.5 \text{ mol/L}$]中。

4.11 氯化亚锡溶液(50 g/L):称取 5 g 氯化亚锡($SnCl_2 \cdot 2H_2O$,优级纯)溶于 50 mL 盐酸($\rho=1.19 \text{ g/mL}$,高纯)中,用水稀释至 100 mL,混匀。用时现配。

4.12 柠檬酸溶液(500 g/L),优级纯。

国家技术监督局 1991-12-14 批准

1992-10-01 实施