



中华人民共和国国家标准

GB/T 13293.5—91

高纯阴极铜化学分析方法 砷钼杂多酸-结晶紫分光光度法 测定砷量

Higher purity copper cathode—
Determination of arsenic content—
Heteropoly arsenomolybdic acid-crystal
violet 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 砷钼杂多酸-结晶紫分光光度法 测定砷量

GB/T 13293.5—91

Higher purity copper cathode—
Determination of arsenic content—
Heteropoly arsenomolybdic acid-crystal
violet spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了高纯阴极铜中砷含量的测定方法。

本标准适用于高纯阴极铜中砷含量的测定。测定范围:0.000 05%~0.001%。

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。在微酸性介质中,以铁为载体,使砷和铁共沉淀与基体铜分离。沉淀用盐酸和硫酸溶解,加入碘化钾、氯化亚锡和锌粒,使砷还原成砷化氢吸收于碘溶液中,在聚乙烯醇存在下,砷钼杂多酸与结晶紫形成缔合物,于分光光度计波长 550 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。

4.1 无砷锌粒(砷含量 \leq 0.000 01%,粒度 3~5 mm)。

4.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

4.3 硝酸(1+1),优级纯。

4.4 硫酸(1+4),优级纯。

4.5 硫酸[$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=2$ mol/L],优级纯。

4.6 盐酸(2+1),优级纯。

4.7 氨水(2+1),高纯。

4.8 碘溶液(1 g/L):称取 1 g 碘和 3 g 碘化钾,用少量水溶解,移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.9 结晶紫溶液(0.5 g/L),德国 E. Merck 试剂。配制后过滤于棕色瓶中备用。

国家技术监督局 1991-12-14 批准

1992-10-01 实施