

中华人民共和国国家标准

高纯阴极铜化学分析方法 磷钒钼杂多酸-结晶紫 分光光度法测定磷量

GB/T 13293.6-91

Higher purity copper cathode—
Determination of phosphorus content—
Heteropoly phosphato-vanadato-molybdic
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磷含量的测定方法。

本标准适用于高纯阴极铜中磷含量的测定。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-硫酸混合酸溶解。驱除氮的氧化物,以1~2A电流电解除铜,于稀硫酸介质中,在聚乙烯醇存在下,磷钒钼杂多酸与结晶紫形成紫红色离子缔合物,于分光光度计波长545 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 混合酸:50 mL硝酸(ρ 1.42 g/mL,高纯)、20 mL硫酸(ρ 1.84 g/mL,高纯)和130 mL水混匀。

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

4.3 硫酸钾溶液(100 g/L)。

4.4 还原剂:称取1 g亚硫酸氢钠,0.1 g硫代硫酸钠,用水溶解后稀释至200 mL,混匀。

4.5 钼酸铵-偏钒酸铵混合液:将26 mL钼酸铵溶液(40 g/L,高纯)与14 mL偏钒酸铵溶液(2 g/L)混合,用水稀释至1 000 mL,贮于聚乙烯塑料瓶中。

4.6 聚乙烯醇(PVA-124,平均聚合度为1 750±50)溶液(5 g/L):在加热搅拌下溶解。

4.7 结晶紫溶液(0.5 g/L),德国E. Merck试剂。过滤后使用。

4.8 磷标准贮存溶液:称取0.4394 g预先经105~110℃烘干并置于干燥器中冷却至室温的磷酸氢二钾($\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$),置于250 mL烧杯中,加水溶解。移入1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

国家技术监督局1991-12-14批准

1992-10-01实施