

# 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( $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ ),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[ $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=2 \text{ mol/L}$ ],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

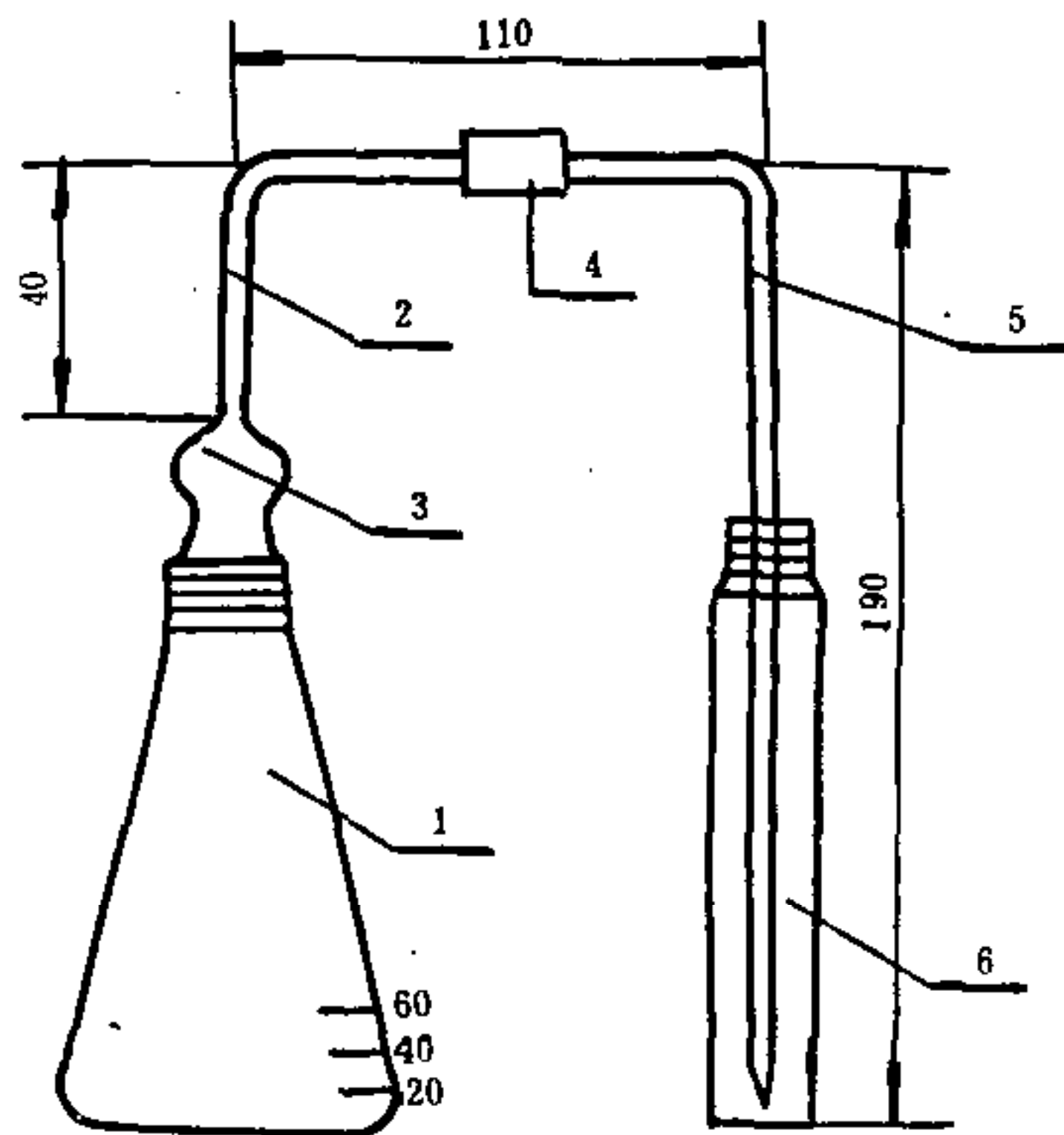
1992-10-01 实施

GB/T 13293.5-91

- 4.10 钼酸铵溶液(5 g/L),高纯。
- 4.11 聚乙烯醇(PVA-124,平均聚合度为 1 750±50)溶液(5 g/L):加热搅拌溶解。
- 4.12 硫酸铁铵溶液:称取 13 g 硫酸铁铵[NH<sub>4</sub>Fe(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>·12H<sub>2</sub>O]溶于 500 mL 硫酸(1+99)中,此溶液 1 mL 约含 3 mg 铁。
- 4.13 碘化钾溶液(200 g/L):用时现配。
- 4.14 氯化亚锡溶液(200 g/L):称取 20 g 氯化亚锡(SnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O)溶于 50 mL 盐酸(ρ1.19 g/mL,优级纯)中,用水稀释至 100 mL,混匀。用时现配。
- 4.15 高锰酸钾溶液(10 g/L)。
- 4.16 亚硫酸钠饱和溶液。
- 4.17 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 三氧化二砷(预先在 100~105℃烘 1 h,置于干燥器中冷却至室温),置于 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液(200 g/L),低温加热使其完全溶解,加入 50 mL 水,1 滴酚酞乙醇溶液(1 g/L),用硫酸(4.4)中和至红色刚消失再过量 2 mL,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 砷。
- 4.18 砷标准溶液:移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(4.17)于 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 砷。
- 4.19 乙酸铅脱脂棉:称取 10 g 乙酸铅[Pb(C<sub>2</sub>H<sub>3</sub>O<sub>2</sub>)<sub>2</sub>·3H<sub>2</sub>O],溶于含有 0.5 mL 冰乙酸(ρ1.05 g/mL)的 100 mL 水中,将脱脂棉浸入其中 2 h,取出,风干备用。

5 仪器

- 5.1 分光光度计。
- 5.2 砷化氢发生-吸收装置,见图。



砷化氢发生-吸收装置示意图

1—发生瓶(150 mL 19 标准口锥形瓶);2—19 标准口瓶塞(用时需干燥);  
 3—玻璃球管(球径 φ20 mm,内盛乙酸铅脱脂棉);4—乳胶管;5—导气管  
 (内径为 2 mm 的毛细管);6—吸收管(25 mL 比色管)

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.001 g。

表 1

砷 含 量, %	试 料, g
0.00005~0.0002	2.000
>0.0002~0.0006	1.000
>0.0006~0.0010	0.500

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 300 mL 烧杯中,加入 10~20 mL 硝酸(4.3),盖上表皿,冷溶,待激烈反应停止后,低温加热至完全溶解并驱除氮的氧化物,用水洗表皿及杯壁,加入 4 滴高锰酸钾溶液(4.15)、5 mL 硫酸铁铵溶液(4.12),加热煮沸 5 min,冷却。

6.3.2 用水稀释至约 200 mL,以氨水(4.7)调至 pH3(用 pH0.5~5.0 的精密试纸检查),加热煮沸 5~8 min,以慢速定量滤纸过滤,用热水洗涤烧杯及沉淀 4~5 次,分别用 5 mL 盐酸(4.6),10 mL 热硫酸(4.4)溶解沉淀于砷化氢发生瓶中,以 2 mL 盐酸(4.6)洗涤烧杯,再以热水洗涤烧杯及滤纸 4~5 次,冷却。

6.3.3 用水稀释至约 40 mL,加入 3 mL 碘化钾溶液(4.13)、4 mL 氯化亚锡溶液(4.14),每加一种试剂均需混匀。放置 10 min。

6.3.4 将预先盛有 7 mL 碘溶液(4.8)的吸收管按砷化氢发生-吸收装置示意图连接。打开瓶塞,加入 4 g 无砷锌粒(4.1),立即盖好瓶塞,吸收 45 min。

6.3.5 取下导气管,以少量水洗涤导管于吸收管中,加入 1 滴亚硫酸钠饱和溶液(4.16)至碘退色,加入 4.5 mL 硫酸(4.5)、4 mL 钼酸铵溶液(4.10),混匀,放置 10 min,加入 2 mL 聚乙烯醇溶液(4.11),混匀,加入 4.0 mL 结晶紫溶液(4.9),立即用水稀释至刻度,混匀。放置 2 h。

6.3.6 将部分溶液(6.3.5)移入 1 cm 吸收皿中,以空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 550 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的砷量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0,0.50,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00,7.00 mL 砷标准溶液(4.18),分别置于一组 300 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(4.2)、4 滴高锰酸钾溶液(4.15)、5 mL 硫酸铁铵溶液(4.12),用水稀释至约 20 mL,加热煮沸 5min,冷却后按 6.3.2~6.3.5 条进行。

6.4.2 将部分溶液(6.4.1)移入 1 cm 吸收皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长 550 nm 处测量其吸光度。以砷量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按下式计算砷的百分含量:

$$As(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

式中:  $m_1$  ——自工作曲线上查得的砷量,  $\mu\text{g}$ ;

$m_0$  ——试料的质量, g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

砷 含 量	允 许 差
0.000 05~0.000 10	0.000 05
>0.000 10~0.000 30	0.000 10
>0.000 30~0.000 60	0.000 15
>0.000 60~0.001 00	0.000 25

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由北京矿冶研究总院负责起草。

本标准由北京矿冶研究总院起草。

本标准主要起草人郭玉兰。