



中华人民共和国国家标准

GB/T 13293.4—91

高纯阴极铜化学分析方法 5-Br-PADAP 分光光度法测定锑量

Higher purity copper cathode—
Determination of antimony content—
2-[(5-bromo-2-pyridyl)azo]-5-
diethylaminophenol 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
5-Br-PADAP 分光光度法测定锑量

GB/T 13293.4—91

Higher purity copper cathode—
Determination of antimony content—
2-[(5-bromo-2-pyridyl)azo]-5-
diethylaminophenol spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了高纯阴极铜中锑含量的测定方法。

本标准适用于高纯阴极铜中锑含量的测定。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。在微硝酸性介质中用二氧化锰载带锑与基体铜分离，于 $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=1.2\text{ mol/L}$ 酸度下锑(III)与 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚和 I^- 生成紫红色三元络合物，用苯萃取，于分光光度计波长 610 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 苯。

4.2 氨水($\rho 0.90\text{ g/mL}$)。

4.3 硝酸(1+1)。

4.4 硫酸 [$c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)=5\text{ mol/L}$]。

4.5 硫酸-过氧化氢混合溶液：每 100 mL 热硫酸(4.4)中加入 2 mL 过氧化氢($\rho 1.11\text{ g/mL}$)。

4.6 硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶液(50 g/L)。

4.7 高锰酸钾溶液(32 g/L)。

4.8 碘化钾溶液(250 g/L)。

4.9 硫脲溶液(100 g/L)。

4.10 抗坏血酸溶液(50 g/L)，用时现配。

4.11 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚(5-Br-PADAP)乙醇溶液(0.1 g/L)：称取 25 mg 5-Br-PADAP 溶于无水乙醇中，移入 250 mL 容量瓶中，用无水乙醇稀释至刻度，混匀。

国家技术监督局 1991-12-14 批准

1992-10-01 实施