



中华人民共和国国家标准

GB/T 23364.5—2009

高纯氧化铟化学分析方法 第5部分：氯量的测定 硫氰酸汞分光光度法

Methods for chemical analysis of high purity indium oxide—
Part 5: Determination of chlorine content—
Mercuric sulfocyanide spectrophotometry

MALCO MACY INSTRUMENT
专业光谱分析仪生产厂家
HTTP://www.macylab.com TEL:400-616-4686

2009-03-19 发布

2010-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 23364《高纯氧化铟化学分析方法》分为 6 个部分：

- 第 1 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 2 部分：锡量的测定 苯基荧光酮分光光度法；
- 第 3 部分：铋量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 4 部分：铝、铁、铜、锌、镉、铅和铊量的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 5 部分：氮量的测定 硫氰酸汞分光光度法；
- 第 6 部分：灼减量的测定 称量法。

本部分为第 5 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由桂林工学院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由广西冶金产品质量监督检验站、广西铟工业协会、柳州市产品质量监督检验所参加起草。

本部分主要起草人：周素莲、黄小珂、黄肇敏、韦莉、黄旭升、宫辛玲、何小虎、王凯。



高纯氧化铟化学分析方法

第5部分:氯量的测定

硫氰酸汞分光光度法

1 范围

GB/T 23364 的本部分规定了高纯氧化铟中氯量的测定方法。

本部分适用于高纯氧化铟中氯量的测定,测定范围(质量分数)为 0.025%~0.80%。

2 方法提要

在无氯环境中,试料用硝酸溶解,氨水分离基体铟以消除其影响。氯离子在酸性溶液里定量取代硫氰酸汞中硫氰酸离子,释放出来的硫氰酸离子与过量的三价铁离子生成棕红色硫氰酸铁化合物,于分光光度计波长 460 nm 处测量吸光度,从而间接测定氯量。

3 试剂

除非另有说明,仅使用确认为分析纯的试剂和去离子水或相当纯度的水;在无氯环境中制备和储存试剂及其溶液。

3.1 硝酸(ρ 约 1.42 g/mL),优级纯。

3.2 氨水(ρ 约 0.90 g/mL),优级纯。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 氯化钾,基准试剂,经 400 °C~450 °C 灼烧 30 min,并于干燥器中冷却至室温。

3.5 硝酸铁溶液(300 g/L):称取 150 g 硝酸铁,置于 500 mL 烧杯中,加 500 mL 硝酸(3.3)溶解,混匀。

3.6 硫氰酸汞溶液(2 g/L):称取 1 g 硫氰酸汞,置于 500 mL 无水乙醇中,摇匀,放置 4 h 后过滤于棕色瓶中保存。过滤前,滴加硝酸(3.3)洗涤滤纸 5 次,再用去离子水洗至中性。

3.7 氯标准贮存溶液:称取 2.102 8 g 基准氯化钾(3.4),置于 250 mL 烧杯中,以适量水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氯。

3.8 氯标准溶液 A:移取 10.00 mL 氯标准贮存溶液(3.7),置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 氯。

3.9 氯标准溶液 B:移取 25.00 mL 氯标准溶液 A(3.8),置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 25 μ g 氯。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 离心机。

5 试样

试样应在 105 °C~110 °C 干燥 2 h,置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

氯的质量分数/%	试料量/g
0.025~0.15	0.50
>0.15~0.40	0.20
>0.40~0.80	0.10

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 150 mL 烧杯中,用少量水湿润,加入 5 mL~10 mL 硝酸(3.3),盖上表面皿,低温加热至溶解完全,取下,冷却,移入 50 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 移取 10.00 mL 试液(6.4.1)于 50 mL 离心管中,吹水少许,加入 3 mL 氨水(3.2),摇匀,吹水至 25 mL~30 mL,塞上盖子,放置 5 min~10 min,于离心机上离心分离 15 min(转速 4 000 r/min)。

6.4.3 将清液(6.4.2)倒入 50 mL 烧杯,水吹洗管壁 3 次~4 次,离心管盖 1 次~2 次,洗液合并到烧杯中,低温蒸至 5 mL~10 mL,取下,加 3 滴硝酸(3.3),摇匀,放置至室温。

6.4.4 试液(6.4.3)完全转入 25 mL 比色管中,吹洗杯壁 3 次~4 次,溶液体积控制约为 16 mL,加入 5.00 mL 硫氰酸汞溶液(3.6),2.00 mL 硝酸铁溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀,于 25 °C 左右放置 30 min。

6.4.5 将显色溶液(6.4.4)移入 1 cm 比色皿中,以水为参比,于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度(室温 25 °C 左右)。减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的氯的质量。

6.5 工作曲线的绘制

移取 0 mL,1.00 mL,2.00 mL,4.00 mL,6.00 mL,8.00 mL 氯标准溶液 B(3.9)分别置于 25 mL 比色管中。以下按 6.4.4 和 6.4.5 条进行。以氯的质量(μg)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

氯含量以氯的质量分数 $w(\text{Cl})$ 计,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

$$w(\text{Cl}) = \frac{m_1 \times V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \times V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得试料的氯的质量,单位为微克(μg);

V_0 ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——分取溶液体积,单位为毫升(mL)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2

氯的质量分数/%	0.106	0.211
重复性限(r)/%	0.009	0.018

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

氯的质量分数/%	允许差/%
0.025~0.050	0.006
>0.050~0.100	0.010
>0.100~0.250	0.025
>0.25~0.50	0.05
>0.50~0.80	0.08

9 质量保证与控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样代替),每周或每两周校核一次本分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。