

ICS 77.120
H 66



中华人民共和国国家标准

GB/T 23362.1—2009

GB/T 23362.1—2009

高纯氢氧化铟化学分析方法 第1部分：砷量的测定 原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of high purity indium hydroxide—
Part 1: Determination of arsenic content—
Atomic fluorescence spectrometry

中华人民共和国
国家标准
高纯氢氧化铟化学分析方法
第1部分：砷量的测定 原子荧光光谱法
GB/T 23362.1—2009

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn
电话：68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2009年5月第一版 2009年5月第一次印刷

*
书号：155066·1-37088 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 23362.1—2009

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

5 试样

试样应在 105 ℃~110 ℃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

砷的质量分数/%	试料量/g	砷标准溶液
0.000 01~0.000 025	4.0	砷标准溶液 C(3.9)
>0.000 025~0.000 10	4.0	砷标准溶液 B(3.8)
>0.000 10~0.000 25	0.4	砷标准溶液 C(3.9)
>0.000 25~0.001 0	0.4	砷标准溶液 B(3.8)
>0.001 0~0.005 0	0.1	砷标准溶液 B(3.8)

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 250 mL 蒸馏瓶中,加 10 mL 水,10 mL 盐酸(3.1),2 g 硫酸肼(3.3)和 2 mL 氢溴酸(3.2),接好蒸馏装置,低温加热分解样品并蒸馏,用预先加入 50 mL 水的 100 mL 容量瓶吸收蒸馏液。蒸至近干,取下容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 开启原子荧光光谱仪,设定仪器参数,使仪器性能满足 4.2 的要求。以盐酸(3.5)为载体溶液调零,将试液和硼氢化钾溶液(3.4)导入氢化物发生器的反应池中,依次测量空白溶液及试样溶液中砷的原子荧光强度。在工作曲线上查出空白溶液及试样溶液中砷的浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 按表 1 移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 砷标准溶液于一组 250 mL 蒸馏瓶中,用水补足体积至 10 mL,以下按 6.4.1 进行。

6.5.2 与试料测定相同条件下,测量标准溶液的荧光强度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的荧光强度,以砷的浓度(ng/mL)为横坐标,以原子荧光强度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

砷含量以砷的质量分数 $w(\text{As})$ 计,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

$$w(\text{As}) = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V \times 10^{-9}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_1 ——从工作曲线上查得试液中砷的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

ρ_0 ——从工作曲线上查得空白溶液中砷的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

V ——测定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

前 言

GB/T 23362《高纯氢氧化钢化学分析方法》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:铈量的测定 原子荧光光谱法;

——第 4 部分:铝、铁、铜、锌、镉、铅和铈量的测定 电感耦合等离子体质谱法;

——第 5 部分:氯量的测定 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 1 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。

本部分由柳州市产品质量监督检验所、广西冶金产品质量监督检验站负责起草。

本部分由广西钢工业协会、桂林工学院参加起草。

本部分主要起草人:税志坚、黄小珂、宫辛玲、黄肇敏、周素莲、黄旭升、李伟隆、黄建军。