

ICS 77.120
H 66



中华人民共和国国家标准

GB/T 23362.5—2009

GB/T 23362.5—2009

高纯氢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 hydroxide—
Part 5: Determination of chlorine content—
Mercuric sulfocyanide spectrophotometry

中华人民共和国
国家标准
高纯氢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
GB/T 23362.5—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 6 千字
2009年5月第一版 2009年5月第一次印刷

书号:155066·1-37092 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 23362.5—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

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)分别置于一组 25 mL 比色管中。以下按 6.4.4 和 6.4.5 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:

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

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);

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);

V_0 ——试料溶液总体积,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

前 言

GB/T 23362《高纯氢氧化钠化学分析方法》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、铅和铊量的测定 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 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、广西钢工业协会、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、姚文治、黄肇敏、韦莉、黄旭升、税志坚、宫辛玲、韦筠寰。