

ICS 77.120
H 66



中华人民共和国国家标准

GB/T 23362.3—2009

GB/T 23362.3—2009

高纯氢氧化铟化学分析方法 第3部分：锑量的测定 原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of high purity indium hydroxide—
Part 3: Determination of antimony 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3部分：锑量的测定 原子荧光光谱法
GB/T 23362.3—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：155066·1-37090 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 23362.3—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

锑的质量分数/%	试料量/g
0.000 01~0.000 10	1.0
>0.000 10~0.000 50	0.50
>0.000 50~0.001 0	0.25
>0.001 0~0.005 0	0.20

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 100 mL 烧杯中,加少量水润湿,加入 10 mL 盐酸(3.3),低温加热(勿沸)至溶解完全,冷却,移入 50 mL 容量瓶中[锑质量分数>0.001 0%~0.005 0%时,用水稀释至刻度,混匀。分取 10 mL 试液于 50 mL 容量瓶中,加入 8 mL 盐酸(3.3)],加入 10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(3.4),用水稀释至刻度,混匀,放置 30 min。

6.4.2 设定仪器参数,使仪器性能满足 4 的要求。以盐酸(3.6)为载流溶液调零,将试液和硼氢化钾溶液(3.5)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锑的荧光强度。在工作曲线上查出空白溶液及试样溶液中锑的浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 锑标准溶液 B(3.9)于一组 50 mL 容量瓶中,用盐酸(1+4)补至 25 mL,加入 10 mL 硫脲-抗坏血酸溶液(3.4),用水稀释至刻度,混匀。放置 30 min。

6.5.2 与试料测定相同条件下,测量标准溶液中锑的原子荧光强度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的荧光强度,以锑浓度(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

锑含量以质量分数 $w(\text{Sb})$ 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w(\text{Sb}) = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V_0V_2 \times 10^{-9}}{m_0V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

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

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——测定溶液体积,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:锑量的测定 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 3 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。

本部分由桂林矿产地质研究院、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:杨仲平、黄小珂、靳晓珠、黄肇敏、徐华、周素莲、黄旭升、黄俭惠。