

### 高纯铝化学分析方法 第 8 部分：结晶紫萃取光度法 测定铟含量

Chemical analysis methods of high purity aluminum—  
Part 8: Determination of indium content  
by extraction-crystal violet photometric method

中华人民共和国有色金属  
行业标准  
高纯铝化学分析方法  
第 8 部分：结晶紫萃取光度法  
测定铟含量  
YS/T 244.8—2008

\*  
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

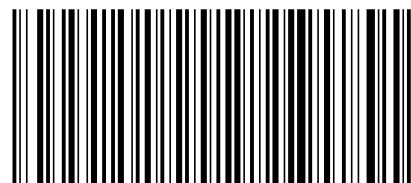
网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
电话：68523946 68517548

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  
2008 年 5 月第一版 2008 年 5 月第一次印刷

\*  
书号：155066·2-18693 定价 10.00 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



YS/T 244.8-2008

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

## 5 试样

- 5.1 试样用盐酸(3.4)浸泡 3 h 以上,用去离子水洗净,再用无水乙醇(3.1)浸洗一次。  
5.2 将试样(5.1)在 70 ℃~80 ℃烘 2 h~3 h,置于干燥器中冷却至室温。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 2 g 干燥试样(5.2),精确至 0.001 g。

### 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)置于石英杯中。加 10 mL 水,30 mL 盐酸(3.3),10 mL 硝酸(3.5),待溶解后在低温加热蒸干(不致析出氧化物)。加入 20 mL 氢溴酸(3.6),在低温处蒸干,再加入 20 mL 氢溴酸(3.7),如上述操作直至再加入氢溴酸时不再产生溴为止。

6.4.2 往石英杯中加入 10 mL 水,40 mL 氢溴酸(3.6)将盐类溶解,移入分液漏斗中。加入 25 mL 乙酸丁酯(3.8),萃取 2 min,萃取反复进行两次,合并有机相。向有机相中加入 10 mL 氢溴酸(3.7)振荡洗涤一次,弃去水相。

6.4.3 向有机相中加入 2 滴过氧化氢(3.9),20 mL 盐酸(3.3)反萃取 2 次,每次 1 min,合并水相于石英杯中。加热蒸发至干,加 2 mL 硫酸(3.10)溶解盐类,并用 2 mL 硫酸(3.10)和 2 mL 水将试液洗入 60 mL 分液漏斗中。

6.4.4 加入 0.5 mL 抗坏血酸(3.11),2 mL 碘化钾(3.12),0.2 mL 硫代硫酸钠(3.13),2 mL 结晶紫(3.14),10.0 mL 苯(3.15),萃取 1 min,弃去水相。放置 30 min。

6.4.5 将部分有机相置于 2 cm 比色皿中,以苯为参比,于分光光度计波长 610 nm 处测量其吸光度。

6.4.6 将所测吸光度减去随同试样空白的吸光度后,从工作曲线上查得相应的钢量。

### 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0,1.00 mL,2.00 mL,4.00 mL,6.00 mL,8.00 mL,10.00 mL 钢的标准溶液(3.17)分别置于一组 60 mL 分液漏斗中,加入 4 mL 硫酸(3.10),2 mL 水。

6.5.2 以下按 6.4.4~6.4.5 进行。

6.5.3 将所测吸光度减去试剂空白的吸光度后,以钢含量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算

按公式(1)计算钢的质量分数(%):

$$w(\text{In}) = \frac{m_1}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_1$ ——从标准曲线上查出的钢的质量,单位为克(g);

$m_0$ ——试料的质量,单位为克(g)。

## 8 精密度

### 8.1 重复性

在重复性条件下获得的两个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

YS/T 244《高纯铝化学分析方法》共分为 9 个部分:

- 第 1 部分:邻二氮杂菲-硫氰酸盐光度法测定铁含量;
- 第 2 部分:钼蓝萃取光度法测定硅含量;
- 第 3 部分:二安替吡啉甲烷-硫氰酸盐光度法测定钛含量;
- 第 4 部分:丁基罗丹明 B 光度法测定镓含量;
- 第 5 部分:阳极溶出伏安法测定铜、锌和铅含量;
- 第 6 部分:催化锰-过硫酸反应体系法测定银含量;
- 第 7 部分:二硫脲萃取光度法测定镉含量;
- 第 8 部分:结晶紫萃取光度法测定钢含量;
- 第 9 部分:电感耦合等离子体质谱法测定杂质含量。

本部分为第 8 部分。

本部分是对 YS/T 275—2000《高纯铝》中附录 A 的修订,主要变动如下:

- 增加了“重复性”条款;
- 增加了“质量保证与控制”条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由抚顺铝业有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由抚顺铝业有限公司起草。

本部分主要起草人:计春雷、冯颖新、周艳娜。

# 高纯铝化学分析方法

## 第 8 部分：结晶紫萃取光度法

### 测定铟含量

#### 1 范围

本部分规定了高纯铝中铟含量的测定方法。

本部分适用于高纯铝中铟含量的测定。测定范围：0.000 02%~0.000 50%。

#### 2 方法提要

试样以盐酸、硝酸溶解。使铟与氢溴酸作用形成溴化铟络合物，用乙酸丁酯萃取，再用盐酸反萃后，使铟与结晶紫显色，再以苯萃取，进行光度测定。

#### 3 试剂

配制试剂及分析用水均为去离子水再用石英蒸馏器蒸馏提纯。

3.1 无水乙醇，优级纯。

3.2 盐酸( $\rho$  1.19 g/mL)，优级纯。

3.3 盐酸(1+1)，优级纯。

3.4 盐酸(1+3)，优级纯。

3.5 硝酸( $\rho$  1.42 g/mL)，优级纯。

3.6 氢溴酸(7 mol/L)。

3.7 氢溴酸(5 mol/L)。

3.8 乙酸丁酯。

3.9 过氧化氢(300 g/L)。

3.10 硫酸[ $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=2.5$  mol/L]，优级纯。

3.11 抗坏血酸(10 g/L)。

3.12 碘化钾(4 mol/L)。

3.13 硫代硫酸钠(0.1 mol/L)。

3.14 结晶紫(1 g/L)。

3.15 苯。

3.16 铟标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 铟(99.99%)，置于 300 mL 烧杯中。加入 20 mL~30 mL 的盐酸(3.3)，在水浴上加热至完全溶解。冷却至室温后，将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铟。

3.17 铟标准溶液：移取 10.00 mL 铟标准贮存溶液(3.16)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。再从此溶液中移取 10.00 mL 溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1  $\mu\text{g}$  铟。

#### 4 仪器和设备

分光光度计。