



中华人民共和国国家标准

GB/T 23362.2—2009

高纯氢氧化铟化学分析方法 第2部分：锡量的测定 苯基荧光酮分光光度法

Methods for chemical analysis of high purity indium hydroxide—
Part 2: Determination of tin content—
Phenylfluorone spectrophotometry

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 23362《高纯氢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：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 2 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。

本部分由广西冶金产品质量监督检验站、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由广西防城港出入境检验检疫局、广西钢工业协会、桂林工学院参加起草。

本部分主要起草人：黄肇敏、韦莉、陈进中、罗明贵、黄旭升、周素莲、崔翔、罗佩珍。

高纯氢氧化铟化学分析方法

第2部分:锡量的测定

苯基荧光酮分光光度法

1 范围

GB/T 23362 的本部分规定了高纯氢氧化铟中锡量的测定方法。

本部分适用于高纯氢氧化铟中锡量的测定,测定范围(质量分数)为 0.000 05%~0.004 0%。

2 方法提要

试料用硫酸和硝酸分解,加热蒸发除去过量的硝酸,在硫酸介质中,锡(IV)与苯基荧光酮-溴代十六烷基三甲基铵生成有色络合物,于波长 510 nm 处测量其吸光度。计算锡量。

在显色溶液中,分别含 1 g 铟,1 mg 镁,0.5 mg 铜、镉、锌、铝、铈,0.1 mg 铅、砷、锑、铁,不干扰锡的测定。

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与其纯度相当的水。

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL),优级纯。

3.3 硫酸(1+3)。

3.4 无水乙醇。

3.5 酒石酸溶液(50 g/L)。

3.6 高锰酸钾溶液(10 g/L)。

3.7 抗坏血酸溶液(20 g/L):每 100 mL 抗坏血酸溶液中加入 5 滴硫酸(3.3),混匀。贮存于棕色瓶中(可稳定两周)。

3.8 苯基荧光酮溶液(0.4 g/L):称取 0.08 g 苯基荧光酮于 195 mL 无水乙醇(3.4)和 5 mL 硫酸(3.3)中,混匀。贮存于棕色瓶中。

3.9 溴代十六烷基三甲基铵溶液(30 g/L):称取 6 g 溴代十六烷基三甲基铵,加入 200 mL 无水乙醇(3.4),在 50 °C~60 °C 水浴中加热溶解,混匀。贮存于棕色瓶中。

3.10 锡标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锡(质量分数 \geq 99.99%),置于 300 mL 烧杯中,加入 10 mL 硫酸(3.2),盖上表面皿,低温加热溶解。取下冷却,吹水 30 mL,冷至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(3.3)洗净表面皿和杯壁并稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 锡。

3.11 锡标准溶液:移取 5.00 mL 锡标准贮存溶液(3.10),置于 250 mL 容量瓶中,用硫酸(3.3)稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 2 μ g 锡。

4 仪器与设备

分光光度计。

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。