

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 997.3—2014

掺锑二氧化锡化学分析方法 第3部分：氯量的测定 硫氰酸汞分光光度法

Methods for chemical analysis of antimony-doped tin oxide—
Part 3: Determination of chlorine content—
Mercuric sulfocyanide spectrophotometry

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

前 言

YS/T 997《掺铈二氧化锡化学分析方法》共分为 3 个部分：

- 第 1 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第 2 部分：铈量的测定 硫酸铈滴定法；
- 第 3 部分：氯量的测定 硫氰酸汞分光光度法。

本部分为 YS/T 997 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：广西壮族自治区分析测试研究中心、柳州百韧特先进材料有限公司、广西壮族自治区冶金产品质量监督检验站、桂林理工大学、南宁市奥博斯检测科技有限责任公司。

本部分主要起草人：张兰、韦莉、农永萍、谢涛、黄肇敏、刘永强、何小虎、张丕慧、黄旭升、周素莲、毛香恩。

掺铈二氧化锡化学分析方法

第3部分:氯量的测定

硫氰酸汞分光光度法

1 范围

YS/T 997 的本部分规定了掺铈二氧化锡中氯量的测定方法。

本部分适用于掺铈二氧化锡中氯量的测定,测定范围(质量分数)为 0.030%~0.40%。

2 方法提要

在无氯环境中,试料以氢氧化钠在 700 °C 熔融分解,水浸出后调节酸度至 pH 3 左右,沉淀分离铈和锡。在硝酸介质中,氯离子定量取代硫氰酸汞中的硫氰酸根离子,释放出来的硫氰酸根离子与三价铁离子生成棕红色硫氰酸铁化合物,于分光光度计波长 460 nm 处测量吸光度,从而间接测定氯的含量。

3 试剂

除非另有说明,本标准所用试剂为分析纯试剂,所用水为 GB/T 6682 中规定的一级水;在无氯环境中制备和储存试剂及其溶液。

3.1 氢氧化钠,优级纯。

3.2 硝酸(1+1),优级纯。

3.3 氨水(1+1),优级纯。

3.4 无水乙醇。

3.5 氯化钾,基准试剂,经 400 °C~450 °C 灼烧 30 min,并于干燥器中冷却至室温。

3.6 硫酸铁铵溶液(100 g/L):称取 50 g 硫酸铁铵,置于 500 mL 烧杯中,加入 500 mL 硝酸(3.2)溶解,混匀。

3.7 硫氰酸汞溶液(2 g/L):称取 1 g 硫氰酸汞基准试剂,置于 500 mL 无水乙醇(3.4)中,混匀,放置 4 h 后过滤于棕色瓶中保存。过滤前,滴加硝酸(3.2)洗涤滤纸 5 次,再用水洗至中性。

3.8 氯标准贮存溶液:称取 2.102 8 g 氯化钾(3.5),置于 250 mL 烧杯中,以适量水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 氯。

3.9 氯标准溶液 A:移取 10.00 mL 氯标准贮存溶液(3.8),置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 氯。

3.10 氯标准溶液 B:移取 10.00 mL 氯标准溶液 A(3.9),置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 氯。

4 仪器

分光光度计。