



中华人民共和国国家标准

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

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 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。

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

1 范围

GB/T 23362 的本部分规定了高纯氢氧化铟中氯量的测定方法。

本部分适用于高纯氢氧化铟中氯量的测定,测定范围(质量分数)为 0.025%~0.80%。

2 方法提要

在无氯环境中,试料用硝酸溶解,氨水分离基体铟以消除其影响。氯离子在酸性溶液里定量取代硫氰酸汞中硫氰酸离子,释放出来的硫氰酸离子与过量的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,从而间接测定氯量。

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相当纯度的水;在无氯环境中制备和储存试剂及其溶液。

3.1 硝酸(ρ 约 1.42 g/mL),优级纯。

3.2 氨水(ρ 约 0.90 g/mL),优级纯。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 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。

3.5 硝酸铁溶液(300 g/L):称取 150 g 硝酸铁,置于 500 mL 烧杯中,加 500 mL 硝酸(3.3)溶解,混匀。

3.6 硫氰酸汞溶液(2 g/L):称取 1 g 硫氰酸汞,置于 500 mL 无水乙醇中,摇匀,放置 4 h 后过滤于棕色瓶中保存。过滤前,滴加硝酸(3.3)洗涤滤纸 5 次,再用去离子水洗至中性。

3.7 氯标准贮存溶液:称取 2.102 8 g 基准氯化钾(3.4),置于 250 mL 烧杯中,以适量水溶解,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 氯。

3.8 氯标准溶液 A:移取 10.00 mL 氯标准贮存溶液(3.7),置于 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 氯。

3.9 氯标准溶液 B:移取 25.00 mL 氯标准溶液 A(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 25 μ g 氯。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 离心机。

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。