



中华人民共和国国家标准

GB/T 23364.2—2009

高纯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 oxide—

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 23364《高纯氧化铜化学分析方法》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。

本部分由防城港出入境检验检疫局、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、广西铜业协会、桂林工学院参加起草。

本部分主要起草人：罗明贵、黄小珂、李仕平、黄肇敏、韦莉、周素莲、陈永欣、梁义。



高纯氧化镉化学分析方法

第2部分：锡量的测定

苯基荧光酮分光光度法

1 范围

GB/T 23364 的本部分规定了高纯氧化镉中锡量的测定方法。

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

2 方法提要

试样用硫酸和硝酸分解，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 镉，1 mg 镁，0.5 mg 铜、镉、锌、铝、铈，0.1 mg 铅、砷、铋、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 约 1.42 g/mL)，优级纯。

3.2 硫酸(ρ 约 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。

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

锡的质量分数/%	试料量/g
0.000 05~0.000 6	1.00
>0.000 6~0.001 2	0.50
>0.001 2~0.002 4	0.25
>0.002 4~0.004 0	0.15

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 试料分解

将试料(6.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(3.1),4 mL 硫酸(3.3),低温加热溶解,蒸至刚开始冒硫酸烟,取下冷却,吹少许水,加热溶解盐类,移入 25 mL 容量瓶中。

6.4.2 显色

加入 1 mL 酒石酸溶液(3.5),1 滴高锰酸钾溶液(3.6),混匀,加入 1 mL 抗坏血酸溶液(3.7),混匀,加入 1 mL 苯基荧光酮溶液(3.8)、1 mL 溴代十六烷三甲基铵溶液(3.9),用水稀释至刻度,混匀。放置 30 min。

6.4.3 测量吸光度

将部分溶液移入 2 cm 比色皿中,以随同试料空白为参比,于分光光度计波长 510 nm 处,测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的锡量。

6.5 工作曲线的绘制

移取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 锡标准溶液(3.11),分别置于一组 25 mL 容量瓶中,各补加硫酸(3.3)至 3 mL,以下按 6.4.2 进行。将溶液移入 2 cm 比色皿,以试剂空白为参比,测量其吸光度。以锡量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

锡含量以锡的质量分数 $w(\text{Sn})$ 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w(\text{Sn}) = \frac{m \times 10^5}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m 在工作曲线上查取显色液中的锡量,单位为微克(μg);

m_0 试料量,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次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按表 2 数据采用线

性内插法求得。

表 2

锡的质量分数/%	0.000 52	0.001 39	0.003 44
重复性限(r)/%	0.000 07	0.000 09	0.000 29

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

锡的质量分数/%	允许差/%
0.000 05~0.000 10	0.000 04
>0.000 10~0.000 5	0.000 1
>0.000 5~0.001 0	0.000 2
>0.001 0~0.002 0	0.000 3
>0.002 0~0.004 0	0.000 5

9 质量保证与控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样代替),每周或每两周校核一次本分析方法的有效性。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。