



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 37.1—2007
代替 YS/T 37.1—1992

高纯二氧化锗化学分析方法 硫氰酸汞分光光度法测定氯量

High pure germanium dioxide
—Determination of chlorine content
—Mercuric sulfocyanide spectrophotometric method

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 37《高纯二氧化锆化学分析方法》分为 5 个部分：

YS/T 37.1 高纯二氧化锆化学分析方法 硫氰酸汞分光光度法测定氯量

YS/T 37.2 高纯二氧化锆化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量

YS/T 37.3 高纯二氧化锆化学分析方法 石墨炉原子吸收光谱法测定砷量

YS/T 37.4 高纯二氧化锆化学分析方法 电感耦合等离子体质谱法测定镁、铝、钴、镍、铜、锌、
钢、铅、钙、铁和砷量

YS/T 37.5 高纯二氧化锆化学分析方法 石墨炉原子吸收光谱法测定铁量

本部分为第 1 部分。

本部分是对 YS/T 37.1—1992《高纯二氧化锆化学分析方法 硫氰酸汞分光光度法测定氯量》
的修订。

本部分与 YS/T 37.1—1992 相比，主要有如下变动：

——水纯度以电阻率表示修改为电导率。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由北京有色金属研究总院负责起草。

本部分主要起草人：潘书慧、蔡绍勤、刘英、赵春华、刘红。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——YS/T 37.1—1992。

高纯二氧化锆化学分析方法

硫氰酸汞分光光度法测定氯量

1 范围

本部分规定了高纯二氧化锆中氯含量的测定方法。

本部分适用于高纯二氧化锆中氯含量的测定。测定范围：质量分数 0.010%~0.10%。

2 方法提要

试料用氢氧化钠溶解，以硝酸中和至弱酸性，氯离子与硫氢酸汞反应定量置换出硫氰酸根离子，并与过量三价铁离子生成血红色硫氰酸铁化合物，于分光光度计波长 460 nm 处测量其吸光度，间接测定氯的含量。

锆不干扰测定。

3 试剂材料

3.1 硝酸，BV 三级。

3.2 硝酸(1+1)，优级纯。

3.3 硝酸铁溶液(300 g/L)：称取 150 g 硝酸铁，置于 500 mL 烧杯中，加 100 mL 硝酸(3.1)和 250 mL 水溶解，过滤到 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度。

3.4 硫氰酸汞溶液(2 g/L)：称取 0.20 g 硫氰酸汞，置于 250 mL 烧杯中，加 100 mL 无水乙醇，溶解后过滤于棕色瓶中保存。

3.5 脲素溶液(50 g/L)：称取 5 g 脲素，置于 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 水溶解，过滤于玻璃瓶中。

3.6 氢氧化钠溶液(400 g/L)：称取 100 g 氢氧化钠(优级纯)置于塑料瓶中，加 250 mL 水溶解。

3.7 氯标准贮存溶液：准确称取 1.648 5 g 经 400℃~450℃灼烧过的氯化钠，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：移取 10.0 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 μg 氯。

3.9 氯标准溶液：移取 10.0 mL 氯标准溶液(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 10 μg 氯。

本部分所用水为去离子水，电导率不大于 $6.67 \times 10^{-2} \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样，精确至 0.000 1 g。