



中华人民共和国国家标准

GB/T 23362.1—2009

高纯氢氧化铟化学分析方法 第 1 部分：砷量的测定 原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of high purity indium hydroxide—
Part 1: Determination of arsenic content—
Atomic fluorescence spectrometry

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 1 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。

本部分由柳州市产品质量监督检验所、广西冶金产品质量监督检验站负责起草。

本部分由广西钢工业协会、桂林工学院参加起草。

本部分主要起草人：税志坚、黄小珂、宫辛玲、黄肇敏、周素莲、黄旭升、李伟隆、黄建军。

高纯氢氧化铟化学分析方法

第1部分:砷量的测定 原子荧光光谱法

1 范围

GB/T 23362 的本部分规定了高纯氢氧化铟中砷量的测定方法。

本部分适用于高纯氢氧化铟中砷量的测定,测定范围(质量分数)为 0.000 01%~0.005 0%。

2 方法提要

在盐酸、氢溴酸溶液中,砷被硫酸肼预还原,经蒸馏、冷凝,用水吸收。在氢化物发生器里,三价砷被硼氢化钾还原为氢化物,用氩气导入石英炉原子化器中,于原子荧光光谱仪上测量其荧光强度,计算砷量。

3 试剂

除非另有说明,仅使用确认为优级纯的试剂和二次蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 氢溴酸(ρ 1.49 g/mL),蒸馏后使用。

3.3 硫酸肼。

3.4 硼氢化钾溶液(20 g/L):称取 10 g 硼氢化钾,溶解于 500 mL 氢氧化钾溶液(5 g/L)中,混匀。若有沉淀,则过滤后使用。用时现配。

3.5 盐酸(1+19)。

3.6 砷标准贮存溶液:称取 0.132 0 g 预先在 105 °C 干燥 1 h 的三氧化二砷(质量分数 \geq 99.99%),置于 300 mL 烧杯中,加 15 mL 盐酸(3.1)和 5 mL 硝酸(ρ 1.42 g/mL),加热溶解,蒸发至近干。加 100 mL 盐酸(3.1)溶解盐类,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 砷。

3.7 砷标准溶液 A:移取 10.00 mL 砷标准贮存溶液(3.6),置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μ g 砷。

3.8 砷标准溶液 B:移取 10.00 mL 砷标准溶液 A(3.7),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 500 ng 砷。

3.9 砷标准溶液 C:移取 10.00 mL 砷标准溶液 B(3.8),置于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 ng 砷。

3.10 氩气(体积分数 \geq 99.99%)。

4 仪器

4.1 蒸馏发生器。

4.2 原子荧光光谱仪,备有砷特制空心阴极灯。原子荧光光谱仪应达到下列指标:

——稳定性:30 min 内的零点漂移 \leq 5%,短期稳定性 RSD \leq 3%;

——检出限 \leq 0.5 ng/mL;

——工作曲线的线性:工作曲线在 0~50 ng/mL 范围内,相关系数应 \geq 0.995。