



中华人民共和国国家标准

GB/T 23364.3—2009

高纯氧化铟化学分析方法 第3部分：锑量的测定 原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of high purity indium oxide—
Part 3:Determination of antimony 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 23364《高纯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：锑量的测定 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3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。

本部分由桂林矿产地质研究院、广西冶金产品质量监督检验站负责起草。

本部分由广西铟工业协会、桂林工学院参加起草。

本部分主要起草人：杨仲平、朱雄志、靳晓珠、黄肇敏、徐华、周素莲、黄旭升、陈进中。

高纯氧化铟化学分析方法

第3部分: 锡量的测定

原子荧光光谱法

1 范围

GB/T 23364 的本部分规定了高纯氧化铟中锡量的测定方法。

本部分适用于高纯氧化铟中锡量的测定, 测定范围(质量分数)为 0.000 01%~0.008 0%。

2 方法提要

试料用盐酸溶解, 用硫脲-抗坏血酸将锡预还原为三价, 在氢化物发生器中, 锡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, 计算锡量。

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 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.3 盐酸(1+1)。

3.4 硫脲-抗坏血酸溶液: 分别称取 25 g 分析纯硫脲和 25 g 分析纯抗坏血酸, 溶解于 500 mL 水中, 混匀, 用时现配。

3.5 硼氢化钾溶液(20 g/L): 称取 10 g 硼氢化钾, 溶于 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。

3.6 盐酸(1+19)。

3.7 锡标准贮存溶液: 称取 0.100 0 g 锡(质量分数 \geqslant 99.99%), 置于 100 mL 烧杯中。加入 5 mL 硫酸, 加热溶解, 冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中, 用 HCl(1+4)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 锡。

3.8 锡标准溶液 A: 移取 10.00 mL 锡标准贮存溶液(3.7), 置于 200 mL 容量瓶中, 用 HCl(1+4)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 5 μ g 锡。

3.9 锡标准溶液 B: 移取 10.00 mL 锡标准溶液 A(3.8), 置于 100 mL 容量瓶中, 用 HCl(1+4)稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 500 ng 锡。

3.10 氩气, 体积分数 \geqslant 99.99%。

4 仪器

原子荧光光谱仪, 备有锡特制空心阴极灯。

所用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 \leqslant 5%, 短期稳定性 RSD \leqslant 3%;

——检出限: Sb \leqslant 0.5 ng/mL;

——工作曲线线性: 工作曲线在 0~60 ng/mL 范围内, 相关系数应 \geqslant 0.995。

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。