

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 520.7—2007
代替 YS/T 520.7—2006

镓化学分析方法 第 7 部分：硅含量的测定 萃取-钼蓝分光光度法

Chemical analysis of gallium—
Part 7: Determination of silicon content—
The extraction-molybdenum blue spectrophotometric method

2007-11-14 发布

2008-05-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 520—2007《镓化学分析方法》是对 YS/T 520—2006(原 GB/T 4375—1984)的修订,共分为 12 个部分:

- 第 1 部分:铜含量的测定 2,9-二甲基-4,7-二苯基-1,10-二氮杂菲分光光度法
- 第 2 部分:铅含量的测定 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚分光光度法
- 第 3 部分:铝含量的测定 铬天青 S-溴化十四烷基吡啶分光光度法
- 第 4 部分:铁含量的测定 4,7-二苯基-1,10-二氮杂菲分光光度法
- 第 5 部分:钙含量的测定 一氧化二氮-乙炔火焰原子吸收光谱法
- 第 6 部分:锡含量的测定 水杨基荧光酮-溴化十六烷基三甲基铵分光光度法
- 第 7 部分:硅含量的测定 萃取-钼蓝分光光度法
- 第 8 部分:钢含量的测定 乙基紫分光光度法
- 第 9 部分:锆含量的测定 苯基荧光酮-聚乙二醇辛基苯基醚萃取分光光度法
- 第 10 部分:锌含量的测定 原子吸收光谱法
- 第 11 部分:汞含量的测定 冷原子吸收光谱法
- 第 12 部分:铅、铜、镍、铝、钢和锌含量的测定 化学光谱法

本部分为第 7 部分。

本部分代替 YS/T 520.7—2006(原 GB/T 4375.7—1984)。

本部分是对 YS/T 520.7—2006《镓化学分析方法 第 7 部分:硅含量的测定 萃取-钼蓝分光光度法》的编辑性整理。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本标准由中国铝业股份有限公司山东分公司负责起草。

本部分起草人:陈建立、何礼英、孙国、赵莎莉。

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 520.7—2006(原 GB/T 4375.7—1984)。

镓化学分析方法

第 7 部分：硅含量的测定

萃取-钼蓝分光光度法

1 范围

本部分规定了镓中硅含量的测定方法。

本部分适用于镓中硅含量的测定。测定范围：0.000 05%~0.000 60%。

2 方法提要

试料用盐酸溶解，在 0.4 mol/L 盐酸酸度下，硅与钼酸铵形成硅钼黄杂多酸。以酒石酸消除可能存在的磷、砷的干扰，用 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸将硅钼黄还原为硅钼蓝。以正戊醇萃取，于分光光度计波长 800 nm 测量其吸光度。

3 试剂

- 3.1 盐酸(6 mol/L)：用盐酸(ρ 1.19 g/cm³)经亚沸蒸馏提纯配制。
- 3.2 盐酸(3 mol/L)：用盐酸(3.1)配制。
- 3.3 硫酸(1+1)。
- 3.4 正戊醇：137℃~139℃蒸馏提纯。使用前用 1.45 mol/L 硫酸[100 mL 中含 3 mL 还原剂溶液(3.8)]饱和。
- 3.5 高锰酸钾溶液(1 g/L)。
- 3.6 钼酸铵溶液(100 g/L)，高纯。
- 3.7 酒石酸溶液(200 g/L)，高纯。
- 3.8 还原剂溶液(2 g/L)：称取 0.2 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸，溶于 100 mL 亚硫酸钠溶液(40 g/L)中。
- 3.9 去离子水：电导率大于 10 S/m。
- 3.10 基体溶液：称取 3.000 0 g 镓(高纯)等分在 3 个铂坩埚中，分别加入 7.5 mL~8.0 mL 盐酸(3.1)，盖上铂盖，在 75℃~80℃加热溶解后，蒸至体积为原体积 1/2 时取下，冷却后将溶液合并，用水稀释至 60 mL，混匀。此溶液 1 mL 含 0.05 g 镓。
- 3.11 硅标准贮存溶液：称取 2.139 g 光谱纯二氧化硅[$w(\text{SiO}_2) \geq 99.99\%$]，置于铂坩埚中，加入 10 g 碳酸钠与碳酸钾的混合熔剂(2+1)，混匀，在喷灯上熔融到溶液澄清，再灼烧 10 min，冷却后用热水浸出，加热到溶液澄清。冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，立即移入塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 硅。
- 3.12 硅标准溶液：移取 25.00 mL 硅标准贮存溶液(3.11)，置于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。立即移入塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 硅。
- 3.13 硅标准溶液：移取 5.00 mL 硅标准溶液(3.12)置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。立即移入塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 5 μg 硅。

4 仪器

- 4.1 分光光度计。
- 4.2 铂坩埚。