



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 981.3—2014

高纯铟化学分析方法 硅量的测定 硅钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of high pure indium—
Determination of silicon content—
Molybdenum blue spectrophotometric method

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 981《高纯钢化学分析方法》分为 5 个部分：

- 第 1 部分：镁、铝、硅、硫、铁、镍、铜、锌、砷、银、镉、锡、铊、铅的测定 高质量分辨率辉光放电质谱法；
- 第 2 部分：镁、铝、铁、镍、铜、锌、银、镉、锡、铅的测定 电感耦合等离子体质谱法；
- 第 3 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：锡量的测定 苯芴酮-溴代十六烷基三甲胺吸光光度法；
- 第 5 部分：铊量的测定 罗丹明 B 吸光光度法。

本部分为 YS/T 981 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：国家有色金属及电子材料分析测试中心。

本部分参加起草单位：中国有色金属工业标准计量质量研究所、金川集团股份有限公司、峨嵋半导体材料研究所、广西德邦科技有限公司。

本部分主要起草人：刘红、李爱嫦、杨素心、邱平、范学华、洪涛。

高纯钢化学分析方法 硅量的测定

硅钼蓝分光光度法

1 范围

YS/T 981 的本部分规定了高纯钢中硅含量的测定方法。

本部分适用于 99.999 9% 高纯钢中硅含量的测定。测定范围为 $5 \times 10^{-5} \% \sim 2 \times 10^{-4} \%$ 。

2 方法提要

试料经硝酸溶解后,加入氢氟酸转化不可溶硅,用硼酸络合过量的氟离子,在 pH 值为 1~1.5 范围内硅与钼酸铵生成 β 型硅钼络合物,然后在 1.5 mol/L 硫酸溶液中以异戊醇萃取,二氯化锡还原后,有机相于波长 630 nm 处测其吸光度。小于 2 mg 钢、5 μ g 砷、5 μ g 磷、0.5 μ g 锆不干扰测定。

3 试剂与仪器

- 3.1 所用水为去离子水,电阻率 $> 18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。
- 3.2 硝酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$),优级纯贮于塑料滴瓶中。
- 3.3 硝酸(1+1),由硝酸(3.2)配制,贮于塑料滴瓶中。
- 3.4 硫酸($\rho = 1.84 \text{ g/mL}$),优级纯。
- 3.5 硫酸(4.5 mol/L),由硫酸(3.4)配制。
- 3.6 硫酸(1.5 mol/L),由硫酸(3.4)配制。
- 3.7 无水乙醇。
- 3.8 氢氟酸(1+2),优级纯,经铂蒸馏器蒸馏提纯或聚四氟乙烯蒸馏器亚沸蒸馏提纯,贮于聚乙烯滴瓶中。
- 3.9 异戊醇,蒸馏后使用。
- 3.10 硼酸溶液:60 g/L,称取 6 g 硼酸溶于 100 mL 水中。贮存于聚乙烯瓶中。
- 3.11 钼酸铵溶液:100 g/L 特纯。称取 10 g 钼酸铵溶于 100 mL 热水中。贮存于聚乙烯瓶中。
- 3.12 酒石酸溶液:100 g/L,称取 10 g 酒石酸溶于 100 mL 水中。贮存于聚乙烯瓶中。
- 3.13 二氯化锡溶液:2 g/L,称取 0.2 g 二氯化锡溶于 100 mL 1.5 mol/L 硫酸溶液中。用时现配。
- 3.14 硅标准溶液(甲):称取 2.530 0 g 硅酸钠($\text{Na}_2\text{SiO}_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$),置于 50 mL 烧杯中,用少量水湿润,不断搅拌加沸水溶解,放冷后移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液含硅 0.5 g/L。
- 3.15 硅标准溶液(乙):取 1.00 mL 溶液(3.14),移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。贮存于聚乙烯瓶中。此溶液中含硅为 2 μ g/mL。

4 仪器与材料

- 4.1 分光光度计。
- 4.2 铂坩埚:30 mL。