

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 520.4—2007
代替 YS/T 520.4—2006

镓化学分析方法 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

Chemical analysis of gallium—
Part 4: Determination of iron content—
The 4,7-diphenyl-1,10-phenanthroline 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:铟含量的测定 乙基紫分光光度法
- 第 9 部分:锕含量的测定 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、铟和锌含量的测定 化学光谱法

本部分为第 4 部分。

本部分代替 YS/T 520.4—2006(原 GB/T 4375.4—1984)。

本部分是对 YS/T 520.4—2006《镓化学分析方法 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》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:王云霞、刘玉龙、田蕊、祁彦利。

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 520.4—2006(原 GB/T 4375.4—1984)。

镓化学分析方法

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

1 范围

本部分规定了镓中铁含量的测定方法。

本部分适用于镓中铁含量的测定。测定范围：0.000 05%~0.015%。

2 方法提要

试料以盐酸和硝酸溶解。用盐酸羟胺还原铁(Ⅲ)，以柠檬酸钠掩蔽基体镓，在 pH=5~6 条件下铁(Ⅱ)与 4,7-二苯基-1,10-二氮杂菲生成红色络合物，用异戊醇萃取，于分光光度计波长 530 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 无水乙醇，优级纯。

3.2 异戊醇。

3.3 氨水，优级纯。

3.4 硝酸，120℃蒸馏提纯。

3.5 盐酸，亚沸蒸馏提纯。

3.6 4,7-二苯基-1,10-二氮杂菲无水乙醇溶液(2 g/L)。

3.7 盐酸羟胺溶液(200 g/L)：称取 100 g 盐酸羟胺、25 g 无水乙酸钠，置于 800 mL 烧杯中，用水溶解后稀释至 500 mL，置于水浴上加热至 80℃~90℃，加入 10 mL 4,7-二苯基-1,10-二氮杂菲溶液(3.6)和 10 mL 无水乙醇(3.1)，用玻璃棒搅匀，在水浴上保温 20 min，取下，放置 4 h 以上。将溶液移入 1 000 mL 分液漏斗中，加入 30 mL 异戊醇(3.2)，剧烈震荡，静置分层后弃去有机相。重复此操作直至有机相无色。将水相移入聚乙烯瓶中保存。

3.8 柠檬酸钠溶液(300 g/L)：称取 150 g 柠檬酸钠、2 g 盐酸羟胺，置于 800 mL 烧杯中，用水溶解后稀释至 500 mL，以下按盐酸羟胺溶液(3.7)所述，从置于水浴上加热至 80℃~90℃开始进行。若含铁量过高，应再进行一次提纯操作。

3.9 硫脲溶液(100 g/L)：称取 10 g 硫脲于 250 mL 烧杯中，用水溶解后稀释至 100 mL，以下按盐酸羟胺溶液(3.7)所述，从置于水浴上加热至 80℃~90℃开始进行[4,7-二苯基-1,10-二氮杂菲溶液(3.6)和异戊醇(3.2)的用量分别改为 5 mL 和 15 mL]。

3.10 铁标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 纯铁[$w(\text{Fe}) \geq 99.99\%$]，置于 400 mL 烧杯中，加入 30 mL 硝酸(1+1)，使之溶解，加热除去氮的氧化物，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 1.0 mg 铁。

3.11 铁标准溶液：移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液(3.10)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铁。

3.12 铁标准溶液：移取 10.00 mL 铁标准溶液(3.11)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铁。

3.13 铁标准溶液：移取 10.00 mL 铁标准溶液(3.12)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。