



YS/T520.4-2006

中华人民共和国国家标准

# 镓化学分析方法 4,7-二苯基-1,10-二氮杂菲 光度法测定铁量

UDC 669.871:543  
.42:546.72

GB 4375.4-84

Methods for chemical analysis of gallium  
The 4,7-diphenyl-1,10-phenanthroline  
photometric method for the determination  
of iron content

调整为: YS/T 520.4-2006

本标准适用于镓中铁的测定。测定范围: 0.000050~0.015%。

本标准遵守 GB 1467-78 《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

## 1 方法提要

试样以硝酸、盐酸溶解。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。

## 2 试剂

2.1 无水乙醇, 优级纯。

2.2 异戊醇。

2.3 氢氧化铵, 优级纯。

2.4 硝酸, 120℃蒸馏提纯。

2.5 盐酸, 亚沸蒸馏提纯。

2.6 4,7-二苯基-1,10-二氮杂菲无水乙醇溶液 (0.2%)。

2.7 盐酸羟胺溶液 (20%) : 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 (2.6) 和 10 ml 无水乙醇 (2.1), 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 1000 ml 分液漏斗中, 加入 30 ml 异戊醇 (2.2), 剧烈振荡, 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。

2.8 柠檬酸钠溶液 (30%) : 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 (2.7) 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。

2.9 硫脲溶液 (10%) : 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 (2.7) 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 (2.6) 和异戊醇 (2.2) 的用量分别改为 5 ml 和 15 ml]。

2.10 铁标准贮存溶液: 称取 1.000 g 纯铁 (99.9% 以上), 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 1000 ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 ml 含 1.0 mg 铁。

国家标准局 1984-04-30 发布

1985-04-01 实施