

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 38.1—2009
代替 YS/T 38.1—1992

高纯镓化学分析方法 第 1 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法

Chemical analysis methods of high pure gallium—
Part 1: Determination of silicon content—
Molybdenum blue spectrophotometry

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 38《高纯镓化学分析方法》分为两个部分：

——第1部分：《高纯镓化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法》；

——第2部分：《高纯镓化学分析方法 镁、钛、铬、锰、镍、钴、铜、锌、镉、锡、铅、铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法》。

本部分为 YS/T 38 的第1部分。

本部分代替对 YS/T 38.1—1992《高纯镓化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量》。

本部分与 YS/T 38.1—1992 相比，主要有如下变动：

——对原方法表述格式进行了修改。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：北京有色金属研究总院。

本部分参加起草单位：株洲冶炼集团、峨嵋半导体厂。

本部分主要起草人：刘英、刘红、高燕、金智宏、王炎。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——YS/T 38.1—1992。

高纯镓化学分析方法

第1部分:硅量的测定 钼蓝分光光度法

1 范围

YS/T 38 的本部分规定了高纯镓中硅含量的测定方法。

本部分适用于镓(99.999 9%)中硅含量的测定。测定范围 0.000 01%~0.000 05%。

2 方法提要

试料经盐酸气分解,在 200 ℃左右挥发分离三氯化镓;用氢氟酸溶解聚合硅酸,以硼酸络合氟离子;用硅钼蓝法,于分光光度计波长 810 nm 处测量吸光度。

3 试剂

本部分所用水为去离子水(电阻率大于 15 MΩ·cm)。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL),优级纯。

3.3 硫酸(1+35),由硫酸(3.2)配制。

3.4 硫酸(1+1),由硫酸(3.2)配制。

3.5 氢氟酸:用氢氟酸(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。

3.6 硼酸(40 g/L),优级纯。

3.7 钼酸铵(50 g/L),高纯。

3.8 酒石酸(30%),优级纯。

3.9 还原剂:1-氨基-2-萘酚-4-2-磺酸(2 mg/mL)。

3.10 硅标准贮存溶液:称取 0.213 9 g 二氧化硅置于铂坩埚中,加入 2 g 碳酸钠与碳酸钾(2:1)的混合试剂,搅匀,熔融至澄清。冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即转至塑料瓶中。此溶液 1 mL 含有 100 μ g 硅。

3.11 硅标准溶液:移取 10.0 mL 硅标准贮存溶液(3.10)置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,立即转至塑料瓶中。此溶液中 1 mL 含 1 μ g 硅。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 分离镓装置。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 测定数量

独立地进行三份试料的测定,取其平均值。

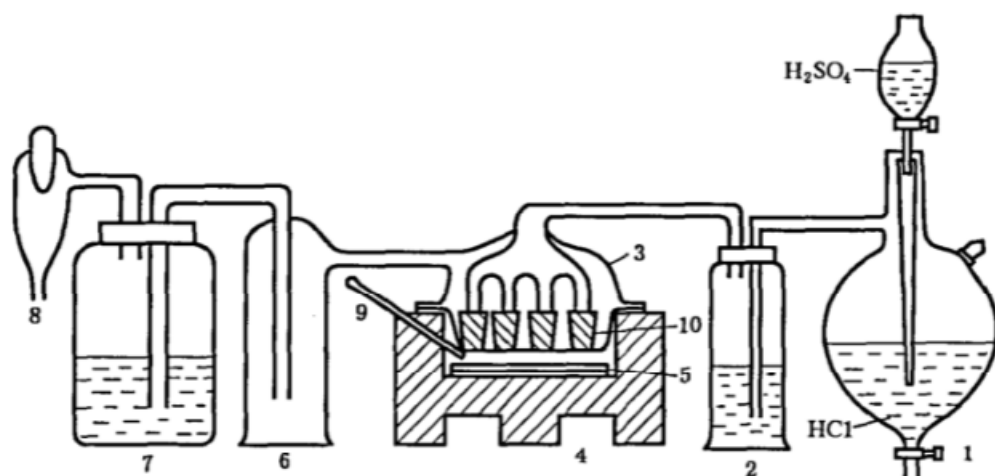
5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 按图 1,将试料(5.1)置于湿润的铂坩埚中;将铂坩埚放入石英密闭蒸发器内。往氯化氢发生器内加入约 200 mL 盐酸(3.1);于分液漏斗中加入硫酸(3.2)。

5.4.2 缓慢拧动漏斗活塞,将硫酸(3.2)滴入发生瓶内;视洗气瓶内产生连续可数的氯化氢气泡后,接通密闭蒸发器;打开射水泵,保持气流平衡。



- 1——氯化氢发生器;
- 2——盛去离子水洗气瓶;
- 3——石英密闭蒸发器;
- 4——石墨保温套;
- 5——电炉;
- 6——缓冲瓶;
- 7——盛氯化钠溶液吸收瓶;
- 8——射水泵;
- 9——温度计;
- 10——铂坩埚

图 1 分离镓装置示意图

5.4.3 加热,使密闭器温度逐渐升至约 200 °C。镓逐渐溶解,并以白色雾状三氯化镓挥发,待挥发完毕;继续通气约 10 min,停止加热。稍冷,启开密闭器,盖好铂坩埚盖。

5.4.4 将铂坩埚移至防尘手套箱内。加入 0.5 mL 硫酸(3.3),滴加约 0.05 mL 氢氟酸(3.5),室温放置 1 h 或在约 45 °C 水浴上放置 20 min。加 4 mL 硼酸(3.6),用水稀释至 5 mL。放置 5 min。试液移入塑料试管中。

5.4.5 加 1 mL 钼酸铵(3.7),置试管于约 30 °C 水浴中 20 min,加 0.5 mL 酒石酸(3.8),放置 5 min,加 1 mL 硫酸(3.4),0.3 mL 还原剂(3.9)。(每加一种试剂均需混匀)。放置 15 min。

5.4.6 将部分试液(5.4.5)移入 3 cm 比色皿中,以水为参比,于分光光度计波长 810 nm 处测量其吸光度。

5.4.7 从工作曲线上查出相应的硅量。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取 0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.30 mL、0.40 mL、0.50 mL 硅标准溶液(3.11),分别置于一组塑料试管中,加入 0.5 mL 硫酸(3.3)滴加约 0.05 mL 氢氟酸(3.5),4 mL 硼酸(3.6),用水稀释至 5 mL,放置 5 min。以下按 5.4.5、5.4.6 进行。

5.5.2 减去试剂空白的吸光度,以硅量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算与表述

按式(1)计算硅的质量分数 w ,数值以%表示:

$$w = \frac{m_2 - m_1}{m_0 \cdot 10^6} \times 100$$

.....(1)

式中:

w ——硅(Si)的质量分数;

m_2 ——自工作曲线上查得试料溶液的硅量,单位为微克(μg);

m_1 ——自工作曲线上查得空白溶液的硅量,单位为微克(μg);

m_0 ——试样的质量,单位为克(g)。

7 精密度

7.1 重复性限

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得。

表 1

元素	测定元素含量/%	重复性限/%
Si	0.000 010~0.000 030	0.000 018
	>0.000 03~0.000 05	0.000 021

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

元素	测定元素含量/%	允许差/%
Si	0.000 010~0.000 030	0.000 03
	>0.000 03~0.000 05	0.000 05

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性,当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国有色金属
行 业 标 准
高纯镓化学分析方法
第 1 部分:硅量的测定
钼蓝分光光度法
YS/T 38.1—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2010 年 4 月第一版 2010 年 4 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 2-20470

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



YS/T 38.1—2009

www.bzxz.net

免费标准下载网