

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 244.4—2008
代替 YS/T 244.4—1994

高纯铝化学分析方法 第 4 部分：丁基罗丹明 B 光度法测定镓含量

Chemical analysis methods of high purity aluminum—
Part 4: Determination of gallium content
by butylrhodamine B photometric method

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 244《高纯铝化学分析方法》共分为 9 个部分：

- 第 1 部分：邻二氮杂菲-硫氰酸盐光度法测定铁含量；
- 第 2 部分：钼蓝萃取光度法测定硅含量；
- 第 3 部分：二安替吡啉甲烷-硫氰酸盐光度法测定钛含量；
- 第 4 部分：丁基罗丹明 B 光度法测定镓含量；
- 第 5 部分：阳极溶出伏安法测定铜、锌和铅含量；
- 第 6 部分：催化锰-过硫酸反应体系法测定银含量；
- 第 7 部分：二硫脲萃取光度法测定镉含量；
- 第 8 部分：结晶紫萃取光度法测定铟含量；
- 第 9 部分：电感耦合等离子体质谱法测定杂质含量。

本部分为第 4 部分。

本部分代替 YS/T 244.4—1994《高纯铝化学分析方法 丁基罗丹明 B 光度法测定镓量》。

本部分是对 YS/T 244.4—1994 的修订。与 YS/T 244.4—1994 相比，主要变化如下：

- 增加了“重复性”条款；
- 增加了“质量保证与控制”条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由抚顺铝业有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由抚顺铝业有限公司起草。

本部分主要起草人：计春雷、周艳娜、徐铁玲。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 244.4—1994。

高纯铝化学分析方法

第4部分:丁基罗丹明 B

光度法测定镓含量

1 范围

本部分规定了高纯铝中镓含量的测定方法。

本部分适用于高纯铝中镓含量的测定。测定范围:0.000 02%~0.000 20%。

2 方法提要

在镍盐存在下,以盐酸溶解试样,在 4.5 mol/L 盐酸介质中,使镓与丁基丹明 B 形成络合物,以苯萃取。于分光光度计波长 562 nm 处测量其吸光度。高纯铝中存在的杂质均不干扰测定。

3 试剂

配制试剂及分析用水均为去离子水或同等纯度的水。

3.1 无水乙醇,优级纯。

3.2 苯。

3.3 盐酸(1+1),优级纯。

3.4 盐酸(1+3),优级纯。

3.5 三氯化钛溶液(15%)。

3.6 丁基罗丹明 B 溶液(2 g/L):称取 0.2 g 丁基罗丹明 B 于 100 mL 烧杯中,用 80 mL 盐酸(3.3)溶解,移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.3)稀释至刻度,混匀。

3.7 氯化镍($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶液(4 g/L)。每 100 mL 溶液中含 0.5 mL 盐酸(3.3)。

3.8 镓标准贮存溶液:称取 0.134 4 g 三氧化二镓(99.99%)于 200 mL 烧杯中,加入 100 mL 盐酸(3.3),于低温加热溶解完全(勿使沸腾),冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用盐酸(3.3)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.2 mg 镓。

3.9 镓标准溶液:移取 10.0 mL 镓标准贮存溶液(3.8)于 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.3)稀释至刻度,混匀。再从此溶液中称取 10.0 mL 于 200 mL 容量瓶中,用盐酸(3.3)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 镓。

4 仪器和设备

4.1 分光光度计。

4.2 电动离心机。

5 试样

5.1 试样用盐酸(3.4)浸泡 3 h 以上,用去离子水洗净,再用无水乙醇(3.1)浸洗一次。

5.2 将试样(5.1)在 70 $^{\circ}\text{C}$ ~80 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h~3 h,置于干燥器中冷却至室温。