

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 520.2—2007
代替 YS/T 520.2—2006

镓化学分析方法 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

Chemical analysis of gallium—Part 2: Determination of lead content—
The 4-(2-pyridylazo)-resorcinol 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:锆含量的测定 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 2 部分。

本部分代替 YS/T 520.2—2006(原 GB/T 4375.2—1984)。

本部分是对 YS/T 520.2—2006《镓化学分析方法 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》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、施庆章、都红涛、徐好文。

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 520.2—2006(原 GB/T 4375.2—1984)。

镓化学分析方法

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

1 范围

本部分规定了镓中铅含量的测定方法。

本部分适用于镓中铅含量的测定。测定范围:0.001 0%~0.030%。

2 方法提要

试料用硝酸和盐酸溶解,以柠檬酸钠和丙酮氰醇掩蔽干扰元素,在氯化铵-氨水缓冲溶液(pH=10)中用二硫脲苯溶液萃取铅,再用稀盐酸将铅反萃取入水相中。铅与 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚(PAR)形成红色络合物,于分光光度计波长 520 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 硝酸,优级纯(ρ 1.42 g/cm³)。

3.2 盐酸,优级纯(ρ 1.19 g/cm³)。

3.3 盐酸(1+119)。

3.4 柠檬酸钠溶液(200 g/L):称取 100 g 柠檬酸钠,置于 500 mL 烧杯中,加入 400 mL 水使之溶解,用 20%氢氧化钠溶液调至 pH=7~8,将溶液移入 1 000 mL 分液漏斗中,加入 10 mL 0.02%二硫脲三氯甲烷溶液,振荡 1 min,静置分层,放出有机相,重复萃取数次至有机相呈绿色为止。水相中加入 10 mL 三氯甲烷,振荡 30 s,静置分层,弃去有机相,重复萃取数次至水相无色为止。水相稀释至 500 mL。

3.5 柠檬酸钠溶液(20 g/L):将柠檬酸钠溶液(3.4)用水稀释 10 倍。

3.6 氯化铵-氨水缓冲溶液(pH=10.5~11):称取 67 g 氯化铵,置于 500 mL 烧杯中,加入 300 mL 水使之溶解。以下按柠檬酸钠溶液(3.4)的提纯方法进行提纯。提纯后的氯化铵溶液中加入 500 mL 优级纯氨水(ρ 0.90),用水稀释至 1 000 mL。

3.7 丙酮氰醇[(CH₃)₂C(OH)CN]。

3.8 洗涤液:将 5 mL 柠檬酸钠溶液(3.4)、5 mL 氯化铵-氨水缓冲溶液(3.6)、1 mL 丙酮氰醇(3.7)和 89 mL 水混匀。

3.9 PAR 溶液(0.2 g/L):称取 0.1 g 4-(2-吡啶偶氮)-间苯二酚,溶于 200 mL 乙醇中,用水稀释至 500 mL,贮存于棕色瓶中。

3.10 二硫脲苯溶液(0.2 g/L)。

3.11 铅标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铅[$w(\text{Pb}) \geq 99.99\%$]置于 300 mL 烧杯中,加入 30 mL 硝酸(1+2),待铅溶解后,加热驱除氮的氧化物,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水定容,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铅。

3.12 铅标准溶液:移取 20.00 mL 铅标准贮存溶液(3.11),置于 200 mL 容量瓶中,用硝酸(1+49)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铅。

4 仪器

分光光度计。