



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 37.2—2007
代替 YS/T 37.2—1992

高纯二氧化锗化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量

High pure germanium dioxide
—Determination of silicon content
—Molybdenum blue spectrophotometric method

2007-04-13 发布

2007-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 37 分为 5 个部分：

YS/T 37.1 高纯二氧化锆化学分析方法 硫氰酸汞分光光度法测定氯量

YS/T 37.2 高纯二氧化锆化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量

YS/T 37.3 高纯二氧化锆化学分析方法 石墨炉原子吸收光谱法测定砷量

YS/T 37.4 高纯二氧化锆化学分析方法 电感耦合等离子体质谱法测定镁、铝、钴、镍、铜、锌、钢、铅、钙、铁和砷量

YS/T 37.5 高纯二氧化锆化学分析方法 石墨炉原子吸收光谱法测定铁量

本部分为第 2 部分，本部分是对 YS/T 37.2—1992《高纯二氧化锆化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量》的修订。

本部分与 YS/T 37.2—1992 相比，主要有如下变动：

——水纯度以电阻率表示修改为电导率。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由北京有色金属研究总院负责起草。

本部分主要起草人：李凤娥、刘英、赵春华、刘红。

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 37.2—1992。

高纯二氧化锆化学分析方法

钼蓝分光光度法测定硅量

1 范围

本部分规定了高纯二氧化锆中硅含量的测定方法。

本部分适用于高纯二氧化锆中硅含量的测定。测定范围:质量分数 0.000 01%~0.000 1%。

2 方法提要

试料用盐酸溶解。以四氯化锆形式挥发分离基体;用氢氟酸溶解聚合硅酸,以硼酸络合氟离子,用钼蓝法,于分光光度计波长 810 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

- 3.1 盐酸, BV 三级。
- 3.2 盐酸(9.0 mol/L~9.5 mol/L), 由盐酸(3.1)配制。
- 3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL), 优级纯。
- 3.4 硫酸(0.5 mol/L), 由硫酸(3.3)配制。
- 3.5 硫酸(1+1), 由硫酸(3.3)配制。
- 3.6 氢氟酸:由氢氟酸(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。
- 3.7 硼酸溶液(40 g/L), 优级纯。
- 3.8 钼酸铵溶液(50 g/L), 高纯。
- 3.9 酒石酸溶液(300 g/L), 优级纯。
- 3.10 还原剂:1-氨基-2-萘酚-4-磺酸(2 g/L)与无水亚硫酸钠(40 g/L)等体积混合, 过滤。用时现配。
- 3.11 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。冷却后用水浸取, 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 100 μ g 硅。
- 3.12 硅标准溶液:移取 10.0 mL 硅标准贮存溶液(3.11)置于 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀, 立即转移至塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 1 μ g 硅。
- 3.13 氮气(体积分数为 99.99%)。

本部分所用水为去离子水, 电导率不大于 $6.67 \times 10^{-2} \mu\text{S} \cdot \text{cm}^{-1}$ 。

4 仪器与装置

- 4.1 分光光度计。
- 4.2 分离锆装置(见图 1)。