

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 226.5—2009
代替 YS/T 226.7—1994

硒化学分析方法

第 5 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of selenium—
Part 5: Determination of silicon content—
Molybdenum blue spectrophotometric method

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 226《硒化学分析方法》共分为 13 个部分：

- 第 1 部分：铋量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第 2 部分：锑量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法
- 第 3 部分：铝量的测定 铬天青 S-溴代十六烷基吡啶分光光度法
- 第 4 部分：汞量的测定 双硫脲-四氯化碳滴定比色法
- 第 5 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法
- 第 6 部分：硫量的测定 对称二苯氨基脲分光光度法
- 第 7 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 8 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 9 部分：铁量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 10 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 11 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法
- 第 12 部分：硒量的测定 硫代硫酸钠容量法
- 第 13 部分：银、铝、砷、硼、汞、铋、铜、镉、铁、镓、铟、镁、镍、铅、硅、锑、锡、碲、钛、锌量的测定
电感耦合等离子体质谱法

本部分为 YS/T 226 的第 5 部分。

本部分代替 YS/T 226.7—1994《硒中硅量的测定 硅钼蓝分光光度法》。与 YS/T 226.7—1994 相比,本部分主要有如下变化:

- 补充了质量保证和控制条款;
- 增加了重复性限,将允许差改为再现性限。

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:金川集团有限公司。

本部分起草单位:北京有色金属研究总院。

本部分参加起草单位:金川集团有限公司、广州有色金属研究院。

本部分主要起草人:刘英、刘红、高燕、董丽萍、高泽祥、戴凤英、孙红英。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 2116—1980;
- YS/T 226.7—1994。

硒化学分析方法

第 5 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法

1 范围

YS/T 226 的本部分规定了硒中硅量的测定方法。

本部分适用于硒中硅量的测定。测定范围：0.000 2%~0.002 0%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解，使硒形成二氧化硒挥发除去，不溶的二氧化硅加氢氟酸使其转为可溶。硅与钼酸铵在 pH1.1~pH1.5 生成钼杂多酸，用正戊醇萃取，有机相以硫酸联氨、二氯化锡还原成硅钼蓝，于波长 720 nm 处，测其吸光度。

过剩的氟离子与硼酸生成稳定四氟化硼络阴离子不干扰硅的测定。

有酒石酸存在下，40 μg 砷、磷以及硒中其余均不干扰硅的测定。

3 试剂

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

- 3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 3.3 硝酸(1+1)。
- 3.4 硫酸(1+1)。
- 3.5 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。
- 3.6 硼酸溶液，特纯，饱和溶液。
- 3.7 钼酸铵溶液(100 g/L)，高纯。
- 3.8 酒石酸溶液(100 g/L)，优级纯。
- 3.9 二氯化锡溶液(100 g/L)，用盐酸(1+1)配制(新鲜配制)。
- 3.10 硫酸联氨溶液(2.5 g/L)，用 0.25 mol/L 硫酸配制。
- 3.11 正戊醇，分析纯。
- 3.12 硅标准贮存溶液：称取 0.214 2 g 二氧化硅(二氧化硅的质量分数 $\geq 99.99\%$)置于铂坩埚中，加入 5 g 碳酸钠混匀，加盖于 900 ℃马弗炉中熔融 1 h，取出冷却，移入聚乙烯杯中，加水低温溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，立即移入聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 硅。
- 3.13 硅标准溶液：移取 50.0 mL 硅标准贮存溶液(3.12)置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，立即转移至聚乙烯瓶中。此溶液 1 mL 含 5 μg 硅。

4 仪器与装置

- 4.1 分光光度计。
- 4.2 载气密闭蒸发器(如图 1)。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1.000 g(m_0)试样，精确至 0.000 1 g。