



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 569.9—2015
代替 YS/T 569.9—2006

铊化学分析方法 第 9 部分：硅量的测定 硅钼蓝异戊醇萃取分光光度法

Methods for chemical analysis of thallium—
Part 9: Determination of silicon content—
Isoamyl alcohol extraction silicon molybdenum blue spectrophotometry

2015-04-30 发布

2015-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 569《铊化学分析方法》分为 10 个部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 铜试剂三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 2 部分：铁量的测定 邻菲罗啉分光光度法；
- 第 3 部分：汞量的测定 双硫脲四氯化碳萃取分光光度法；
- 第 4 部分：锌量的测定 双硫脲苯萃取分光光度法；
- 第 5 部分：镉量的测定 双硫脲苯萃取分光光度法；
- 第 6 部分：铅量的测定 双硫脲苯萃取分光光度法；
- 第 7 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 8 部分：钢量的测定 结晶紫苯萃取分光光度法；
- 第 9 部分：硅量的测定 硅钼蓝异戊醇萃取分光光度法；
- 第 10 部分：铊量的测定 Na_2EDTA 滴定法。

本部分为 YS/T 569 的第 9 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 569.9—2006《铊中硅量的测定(异戊醇萃取钼蓝吸光光度法)》(原 GB 2592.9—1981)。本部分与 YS/T 569.9—2006 相比,主要有如下变动：

- 对文本格式进行了修改；
- 增加了试验报告要求。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)提出并归口。

本部分起草单位：中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、湖南水口山有色金属集团有限公司、湖南郴州市金贵银业股份有限公司、株洲冶炼集团股份有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人：袁永梅、熊传信、尹昌慧、夏兵伟、颜建斌、廖小辉、喻慧、向德磊、黄晓刚、冯先进、高颖剑。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 2592.9—1981；
- YS/T 569.9—2006。

铈化学分析方法

第9部分：硅量的测定

硅钼蓝异戊醇萃取分光光度法

1 范围

YS/T 569的本部分规定了铈中硅量的测定方法。

本部分适用于铈中硅量的测定。测定范围：0.000 2%~0.001 5%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解后，用氢氟酸溶解酸不溶硅，以硼酸络合氟，在 pH 值为 2.5~3.5 的酸度下，硅与钼酸铵生成硅钼杂多酸，在硫酸介质中被异戊醇萃取，用硫酸联胺—氯化亚锡还原成硅钼蓝，于分光光度计波长 630 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 硝酸(1+1)，高纯。

3.2 硝酸(1+16)，高纯。

3.3 氢氟酸($\rho=1.15$ g/mL)，超纯。

3.4 硫酸(1+2)，高纯。

3.5 硫酸洗液：量取 100 mL 硫酸(1+9)于 125 mL 分液漏斗中，用 20 mL 异戊醇萃取 2 min，用时现配。

3.6 硼酸饱和溶液，优级纯。

3.7 氢氧化钠溶液：100 g/L，优级纯。

3.8 亚硫酸钠溶液：20 g/L，用时配制。

3.9 尿素饱和溶液。

3.10 钼酸铵溶液(120 g/L)：称取优级纯钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ ，用 60 °C~80 °C 热水溶解后过滤于塑料瓶中。

3.11 柠檬酸溶液(300 g/L)。

3.12 酒石酸溶液(200 g/L)。

3.13 硫酸联氨溶液(5 g/L)：用硫酸(1+36)配制。

3.14 氯化亚锡溶液(100 g/L)：用盐酸(1+1)配制。

3.15 还原剂：将硫酸联氨溶液(3.13)和氯化亚锡溶液(3.14)以 25 : 1 比例摇匀，用时现配。

3.16 异戊醇。

3.17 无水乙醇。

3.18 硅标准贮存溶液：称取 0.213 9 g 预先在 1 000 °C 灼烧 1 h 并冷却至室温的二氧化硅($w_{\text{SiO}_2} \geq 99.99\%$)于铂坩埚中，加入 5 g 无水碳酸钠(优级纯)，摇匀，于 400 °C~500 °C 脱水完全，加盖后置于 1 000 °C 马弗炉中熔融 10 min~20 min，取出，冷却。移入聚四氟乙烯烧杯中，用沸水浸出，洗净坩埚及坩埚盖，加