



中华人民共和国国家标准

GB/T 12689.11—2004

锌及锌合金化学分析方法 镧、铈含量的测定 三溴偶氮胂分光光度法

The methods for chemical analysis of zinc and zinc alloys—
The determination of lanthanum and cerium contents—
The tri-bromide arsenazo spectrophotometric method

2004-04-30 发布

2004-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本系列标准共有 12 部分,本部分为第 11 部分。本部分是首次制定。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由葫芦岛有色集团公司负责起草。

本部分由株洲冶炼集团公司起草。

本部分由葫芦岛有色集团公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、水口山有色金属公司、白银公司西北铅锌冶炼厂参加起草。

本部分主要起草人:钟勇、向德磊。

本部分主要验证人:蔡强、邓志辉、容波、牛艳红、武逸云。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

锌及锌合金化学分析方法

镧、铈含量的测定 三溴偶氮胂分光光度法

1 范围

本部分规定了锌及锌合金中镧、铈含量的测定方法。

本部分适用于锌及锌合金中镧、铈含量的测定。测定范围:0.005 0%~0.20%。

2 方法原理

试料用盐酸-过氧化氢溶解,在酸性介质中,镧、铈与三溴偶氮胂生成有色络合物,于分光光度计波长 660 nm 处测量吸光度。

3 试剂

3.1 市售试剂

3.1.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。

3.1.2 过氧化氢(30%)。

3.2 溶液

3.2.1 盐酸(1+1)。

3.2.2 抗坏血酸(10 g/L),用时现配。

3.2.3 三溴偶氮胂溶液(0.5 g/L):称取 0.5 g 三溴偶氮胂溶解于 200 mL 水中,用水稀释至 1 000 mL。

3.3 标准溶液

3.3.1 镧标准贮存溶液:称取 1.1728 g 三氧化二镧($\text{La}_2\text{O}_3 \geq 99.9\%$,预先在 1 000℃灼烧 1 h,置于干燥器中冷却,备用)于 200 mL 烧杯中,加入 50 mL 盐酸(3.2.1)、数滴过氧化氢(3.1.2),低温加热溶解完全,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 镧。

3.3.2 铈标准贮存溶液:称取 1.2284 g 氧化铈($\text{CeO}_2 \geq 99.9\%$,预先在 1 000℃灼烧 1 h,置于干燥器中冷却,备用)于 200 mL 烧杯中,加入 50 mL 硝酸(3.1.1),放置片刻,加热煮沸,再加入 5 mL 过氧化氢(3.1.2),低温加热,反复 4~5 次直至溶解完全,加热煮沸破坏过剩的过氧化氢,冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铈。

3.3.3 镧、铈混合标准液:分别移取 2.0 mL 镧标准贮存溶液(3.3.1)和铈标准贮存溶液(3.3.2)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 4 μg 镧、铈含量。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。