



中华人民共和国国家标准

GB/T 12689.9—2004
代替 GB/T 12689.11—1990

锌及锌合金化学分析方法 锑量的测定 原子荧光光谱法和 火焰原子吸收光谱法

The methods for chemical analysis of zinc and zinc alloys
—The determination of antimony content
—The atomic fluorescence spectrometer and the flame
atomic absorption spectrometric 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 9 部分。

本部分是对 GB/T 12689.11—1990《锌及锌合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定镉量》的修订。

本部分与 GB/T 12689.11—1990 相比,主要有如下变动:

——对文本格式进行了修改,补充了精密度与质量保证和控制条款;

——方法 1 改变了测定方法,原分析方法为火焰原子吸收光谱法,修改为:原子荧光光谱法,测定范围由 0.005%~0.05%修改为 0.001 0%~0.050%。

——方法 2 改变了测定范围,测定范围由 0.005%~0.05%修改为 0.050%~1.00%。

本部分代替 GB/T 12689.11—1990。

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。

本部分方法 1 由深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、葫芦岛有色集团公司、云南驰宏锌锗股份有限公司参加起草。

本部分方法 1 主要起草人:鲁青庆、刘新玲。

本部分方法 1 主要验证人:唐红、李遵义、刘飞、李艳。

本部分方法 2 由深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、葫芦岛有色集团公司、水口山有色金属公司参加起草。

本部分方法 2 起草人:向德磊、鲁青庆。

本部分方法 2 验证人:罗丝、李遵义、谭平生。

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:

——GB 473—1976;

——GB/T 12689.11—1990。

锌及锌合金化学分析方法

铈量的测定 原子荧光光谱法和火焰原子吸收光谱法

方法 1 原子荧光光谱法

1 范围

本部分规定了锌及锌合金中铈含量的测定方法。

本部分适用于锌及锌合金中铈含量的测定。测定范围:0.001 0%~0.050%。

2 方法原理

试料用硝酸-酒石酸溶解,以抗坏血酸进行预还原,以硫脲掩蔽铜,在氢化物发生器中,铈被硼氢化钾还原为氢化物,用氩气导入石英炉原子化器中,于原子荧光光谱仪上测量铈的荧光强度。

3 试剂及材料

3.1 市售试剂

3.1.1 氢氧化钾。

3.1.2 硼氢化钾。

3.1.3 酒石酸。

3.1.4 硫脲。

3.1.5 抗坏血酸。

3.2 溶液

3.2.1 盐酸(1+1)。

3.2.2 盐酸(1+9)。

3.2.3 硝酸(1+1)。

3.2.4 氢氧化钾溶液(5 g/L)。

3.2.5 硫脲—抗坏血酸溶液:称取硫脲(3.1.4)、抗坏血酸(3.1.5)各 25 g 溶解于 500 mL 水中。用时现配。

3.2.6 硼氢化钾溶液:称取 10 g 硼氢化钾(3.1.2)溶解于 500 mL 氢氧化钾溶液(3.2.4)中,过滤备用。用时现配。

3.2.7 硝酸—酒石酸溶液:100 g 酒石酸(3.1.3)溶解于 500 mL 硝酸(3.2.3)中。

3.3 标准溶液

3.3.1 铈标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铈(>99.95%)于 300 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 4 g 酒石酸(3.1.3)、30 mL 硝酸(3.2.3),加热溶解完全,低温蒸发至近干,稍冷,加入 50 mL 盐酸(3.2.1),微热溶解盐类,煮沸驱除氮的氧化物,取下冷却后,用盐酸(3.2.1)移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铈。

3.3.2 铈标准溶液:移取 10.00 mL 铈标准贮存溶液(3.3.1)于 200 mL 容量瓶中,用盐酸(3.2.1)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 5 μ g 铈。

3.4 材料

氩气(\geq 99.99%):屏蔽气和载气。