



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1341.7—2019

粗锌化学分析方法 第7部分：锑含量的测定 原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of crude zinc—
Part 7: Determination of antimony content—
Atomic fluorescence spectrometry

2019-08-02 发布

2020-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 1341《粗锌化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：锌含量的测定 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：铁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：铜含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：砷含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 7 部分：锑含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 8 部分：锡含量的测定 原子荧光光谱法；
- 第 9 部分：锆含量的测定 苯芴酮分光光度法；
- 第 10 部分：铟含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：铅、铁、镉、铜、锡、铝、砷、锑、锆和铟含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 YS/T 1341 的第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本部分负责起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、广东省韶关市质量计量监督检测所。

本部分参加起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、华南理工大学、国标(北京)检验认证有限公司、昆明冶金研究院、河南豫光金铅股份有限公司、国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心(安徽)、北矿检测技术有限公司。

本部分主要起草人：袁齐、郭军、左鸿毅、师世龙、戴凤英、吴冰、胡芳菲、王长华、王劲榕、刘英波、张全胜、李莉君、尚岩岩、谭波涛、蒯丽君、于磊、宋永清。

粗锌化学分析方法

第7部分：铈含量的测定

原子荧光光谱法

1 范围

本部分规定了粗锌中铈含量的测定方法。

本部分适用于粗锌中铈含量的测定。测定范围：0.0010%~0.50%。

2 方法提要

试料用酒石酸-硝酸溶液分解。在含有硝酸锰的溶液中，加入高锰酸钾溶液使铈与二氧化锰共沉淀。过滤后的沉淀用盐酸-过氧化氢溶解，在50g/L盐酸介质中，用硫脲-抗坏血酸溶液将铈还原为三价。在氢化物发生器中，铈被硼氢化钾还原生成氢化物，于原子荧光光谱仪上测量荧光强度，用工作曲线法计算铈含量。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 盐酸($\rho=1.19\text{g/mL}$)，优级纯。
- 3.2 硝酸($\rho=1.42\text{g/mL}$)，优级纯。
- 3.3 盐酸(1+4)。
- 3.4 盐酸(1+19)。
- 3.5 酒石酸-硝酸溶液：称取50g酒石酸溶于500mL水，缓缓加入500mL硝酸(3.2)，混匀，冷却。
- 3.6 硫脲-抗坏血酸溶液(50g/L-50g/L)：称取5g硫脲，5g抗坏血酸溶于100mL水，用时配制。
- 3.7 硼氢化钾溶液(10g/L)：称取5.0g硼氢化钾溶解于500mL氢氧化钾溶液(2.5g/L)中，当天配制。
- 3.8 硝酸锰溶液(50g/L)：称取5.0g硝酸锰溶解于100mL水中。
- 3.9 高锰酸钾溶液(10g/L)：称取1.0g高锰酸钾溶解于100mL水中。
- 3.10 氨水($\rho=0.91\text{g/mL}$)。
- 3.11 过氧化氢(30%)。
- 3.12 铈标准贮存溶液：称取0.1000g金属铈($w_{\text{sb}}\geq 99.95\%$)于250mL烧杯中，加入20mL酒石酸-硝酸溶液(3.5)，低温加热至溶解完全，继续加热至体积约10mL时取下，加入50mL盐酸(3.1)，煮沸2min。取下冷却，用盐酸(3.4)稀释至500mL，混匀。此溶液1mL含200 μg 铈。
- 3.13 铈标准溶液：准确移取5.00mL铈标准贮存溶液(3.12)于1000mL容量瓶中，用盐酸(3.4)稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含1 μg 铈。
- 3.14 氩气($\varphi_{\text{Ar}}\geq 99.99\%$)。

4 仪器

原子荧光光谱仪，附铈空心阴极灯。