



中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1341. 9—2019

粗锌化学分析方法 第 9 部分：锗含量的测定 苯芴酮分光光度法

Methods for chemical analysis of crude zinc—
Part 9: Determination of germanium content—
Benzene fluorenone spectrophotometry

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 9 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：昆明冶金研究院、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司。

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、广东先导稀材股份有限公司、云南驰宏锌锆股份有限公司、浙江华友钴业股份有限公司、云南祥云飞龙再生科技股份有限公司。

本部分主要起草人：刘英波、罗舜、刘维理、谭秀丽、黄萍、王帅、李素玲、闫豫昕、杨海岸、杨树泉、庞洪福、谢柏华、彭峰、李子俊、秦玲、陈吉祥、王文军。

粗锌化学分析方法

第9部分:锆含量的测定

苯芴酮分光光度法

1 范围

本部分规定了粗锌中锆含量的测定方法。

本部分适用于粗锌中锆含量的测定。测定范围:0.0010%~0.50%。

2 方法提要

试料用硝酸、磷酸和高锰酸钾分解,在盐酸介质中锆以四氯化锆的形式蒸出,蒸出的四氯化锆用水吸收。在酸性介质中,十六烷基三甲基溴化铵(CTMAB)阳离子表面活性剂存在下,四价锆与苯芴酮及 CTMAB 形成红色的络合物,于波长 520nm 处测量其吸光度,通过工作曲线计算锆量。

3 试剂

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

3.1 高锰酸钾。

3.2 亚硫酸钠。

3.3 盐酸($\rho=1.19\text{g/mL}$)。

3.4 硝酸($\rho=1.42\text{g/mL}$)。

3.5 氢氟酸($\rho=1.15\text{g/mL}$)。

3.6 磷酸($\rho=1.70\text{g/mL}$)。

3.7 硝酸(1+1)。

3.8 十六烷基三甲基溴化铵(CTMAB)溶液(5.0g/L):称取 5.0g 十六烷基三甲基溴化铵于 300mL 烧杯中,加入 100mL 无水乙醇,溶解后,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.9 苯芴酮溶液(0.60g/L):称取 0.60g 苯芴酮于 300mL 烧杯中,加入 50mL 硫酸(1+6),用玻棒充分搅拌,然后加入 100mL 无水乙醇,使苯芴酮完全溶解,用脱脂棉滤入 1000mL 容量瓶中,用无水乙醇稀释至刻度,摇匀,放置 24h。

3.10 锆标准贮存溶液:称取 0.1441g 光谱纯二氧化锆于 150mL 烧杯中,加入 1.0g 氢氧化钠,用水溶解后,加 1 滴酚酞(10g/L),用硫酸(1+1)中和并过量 1mL,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 100 μg 锆。

3.11 锆标准溶液:移取 20.00mL 锆标准贮存溶液(3.10)于 250mL 容量瓶中用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1mL 含 8 μg 锆。

4 仪器设备

4.1 分光光度计。