



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 发布
中国国家标准化管理委员会

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。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 200 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 10 mL~20 mL 盐酸(3.2.1)、数滴过氧化氢(3.1.2),低温加热溶解至体积约 5 mL,冷却,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 按表 1 分取试液于 25 mL 容量瓶中。

表 1

镧、铈含量的/%含量(质量分数)	试料量/g	分取试液量/mL
0.005 0~0.020	2.000	5.00
>0.020~0.10	1.000	2.00
>0.10~0.20	0.500	2.00

5.3.3 依次加入 5.0 mL 抗坏血酸(3.2.2)、4.0 mL 盐酸(3.2.1)、5.0 mL 三溴偶氮胂(3.2.3)(每加入一种试剂均需摇匀),用水稀释至刻度,混匀。放置 10 min。

5.3.4 将部分溶液移入 2 cm 吸收池中,以试料空白溶液为参比,于分光光度计波长 660 nm 处测量吸光度。从工作曲线上查出相应的镧、铈含量。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 mL 镧、铈混合标准溶液(3.3.3)分别置于一组 25 mL 容量瓶中,该混合标准溶液对应的镧铈含量为 0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 μg 。以下按 5.3.3 条进行。

5.4.2 以试剂空白溶液为参比,在与试料测定相同条件下测量系列标准溶液的吸光度,以镧、铈含量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算镧、铈含量的含量 $w(\text{La}+\text{Ce})$ ：

$$w(\text{La}+\text{Ce})(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^6}{m_0 \cdot V_1} \times 100$$

式中：

m_1 ——自工作曲线上查得镧、铈含量,单位为微克(μg)；

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL)；

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL)；

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至二位小数,若镧铈含量 $<0.10\%$ 时表示至三位小数,若镧铈含量 $<0.010\%$ 时表示至四位小数。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得：

表 2

$w(\text{La}+\text{Ce})/\%$	0.0040	0.026	0.062	0.20
$r/\%$	0.0005	0.002	0.004	0.01

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表3数据采用线性内插法求得:

表 3

$w(\text{La}+\text{Ce})/\%$	0.0040	0.026	0.062	0.20
$r/\%$	0.0008	0.003	0.005	0.02

注:重复性(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。

再现性(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。