

YS/T XXXX.7-201X

ICS 77.120.60

H 13

中华人民共和国工业和信息化部　发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

粗锌化学分析方法

第7部分：锑量的测定

原子荧光光谱法

The methods for chemical analysis of crude zinc

—Part 7：Determination of antimony content

—Atomic fluorescence spectrometric method

(送审稿)

前 言

YS/TXXXX《粗锌化学分析方法》分为11个部分：

——第1部分：锌量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第2部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第3部分：铁量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第4部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第5部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第6部分：砷量的测定 原子荧光光谱法；

——第7部分：锑量的测定 原子荧光光谱法；

——第8部分：锡量的测定 原子荧光光谱法；

——第9部分：锗量的测定 苯芴酮分光光度法；

——第10部分：铟量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第11部分铅、铁、镉、铜、锡、铝、砷、锑、锗、铟量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为YS/TXXXX-201X的第7部分。

本部分是按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草的。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本标准负责起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司。

本部分起草单位：广东省韶关市质量计量监督检测所、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、[华南理工大学](http://www.scut.edu.cn/new/%22%20%5Ct%20%22_blank)、国标（北京）检验认证有限公司、北矿检测技术有限公司、国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心（安徽）、河南豫光金铅股份有限公司、昆明冶金研究院。

本部分主要起草人： 袁齐、

粗锌化学分析方法

第7部分：锑量的测定

原子荧光光谱法

1 范围

本部分规定了粗锌中锑量的测定方法。

本部分适用于粗锌中锑量的测定。测定范围：0.0010%～0.50%。

2 方法提要

试料用硝酸-酒石酸混合酸分解。在含有硝酸锰的溶液中，加入高锰酸钾溶液使锑与二氧化锰共沉淀；沉淀用盐酸-过氧化氢溶解，在50g/L盐酸介质中，用硫脲-抗坏血酸溶液将锑还原为三价；在氢氧化物发生器中，锑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，用工作曲线法计算锑量。

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（GR，*ρ*1.19 g/mL）。

3.2硝酸（GR，*ρ*1.42 g/mL）。

3.3 盐酸（1+4）。

3.4盐酸（1+19）。

3.5硝酸-酒石酸混合酸：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，当天配制。

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。

3.11过氧化氢（300g/L）。

3.12锑标准贮存溶液：称取金属锑（*w*Sb≥99.9%）0.1000g于250ml烧杯中，加入 20ml硝酸-酒石酸混合酸（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200ug锑。

3.13 锑标准溶液：准确移取锑标准贮存溶液（3.12）5.00 ml于1000ml容量瓶中，用盐酸(3.4)稀释到刻度，混匀。此溶液1mL含1ug锑。

3.14氩气 （φAr≥99.99%）

**4 仪器和材料**

原子荧光光谱仪，附锑空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

——检出限：不大于1ng/mL；

——精密度：用0.01ug/mL的锑标准溶液测量荧光强度10次，其标准偏差不超过荧光强度的3.0%；

——工作曲线线性：将工作曲线按浓度等分为5段，最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比，应不小于0.9。

5 试样

 试样应破碎至4mm以下，用磁铁除去加工时带入的铁屑，然后过0.450mm筛，筛上筛下分别称重后，备用。

6分析步骤

6.1试样

用四分法按筛上、筛下比例按表1称取1.50g试样，精确至0.0001g。

6.2 测定次数

 独立地进行两次测定，取其平均值。

6.3空白实验

 随同试样做空白试验。

6.4测定

表 1

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 锑含量*ω*/% | 补加硝酸量/mL | 定容体积V1/mL | 分取体积V2/mL | 补加硝酸量/mL |
| 0.0010～0.0050 | ----- | 100 | 20 | 10 |
| ＞0.0050～0.050 | ----- | 100 | 2 | 30 |
| ＞0.050～0.50 | 100 | 500 | 1 | 15 |

6.4.1将试样（6.1）置于200mL烧杯中，分几次缓慢加入40mL硝酸-酒石酸混合酸（3.5），待反应缓和后盖上表皿，于电热板低温处溶解并煮沸2min，取下冷却；按表1补加硝酸-酒石酸混合酸（3.5），以水定容，混匀；

6.4.2按表1分取溶液于200mL烧杯，补加硝酸溶液（3.2），加水至约100mL，加入15mL氨水（3.10），边搅拌边用氨水（3.10）和硝酸-酒石酸混合酸（3.5）中和至pH 1～2；加入10mL硝酸锰溶液（3.8），加热煮沸2min，将烧杯移至电热板边缘处，在溶液近沸状态下边搅拌边用10mL移液管逐滴加入10mL高锰酸钾溶液（3.9），盖上表皿，保温5min后取下，放置5min。

6.4.3趁热用中速定性滤纸过滤，用热水洗沉淀3-4次，弃去滤液和洗液；漏斗中加入15mL加热的盐酸溶液（3.3），滴加几滴过氧化氢（3.11），轻轻摇动漏斗溶解沉淀，将滤液洗脱至原烧杯；分两次加入30mL加热的盐酸溶液（3.3）洗涤滤纸，然后用少量热水洗涤滤纸2次，合并滤液与洗液于原烧杯；轻轻转动原烧杯里的溶液，将杯壁和玻棒上附着的沉淀溶入溶液，用少量水吹洗杯壁，加热煮沸溶液至大气泡冒出时取下冷却。

6.4.4按表1将溶液转移至100mL容量瓶，加入5mL硫脲-抗坏血酸溶液（3.6），以水定容，混匀。以盐酸（3.4）为载流，硼氢化钾溶液（3.7）为还原剂，于原子荧光光谱仪上测量其荧光强度，从工作曲线上求得相应的锑的质量浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 分别移取0 mL、1.00mL、5.00mL、10.00mL、15.00mL、20.00mL锑标准溶液（3.13）移入100mL容量瓶，加入5mL盐酸（3.1），5mL硫脲-抗坏血酸溶液（3.6），以水定容，混匀。

6.5.2 在与测定试样溶液相同的条件下，以盐酸（3.4）为载流，硼氢化钾溶液（3.7）为还原剂，测量系列标准溶液荧光强度，减去“零”浓度溶液的荧光强度，以锑的质量浓度为横坐标，相应的荧光强度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

锑量以锑的质量分数计，数值以%表示，按下式计算：



式中：

*ρ*——自工作曲线上查得的锑的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*ρ*0——自工作曲线上查得的空白溶液中锑的质量浓度，单位为微克每毫升（µg/mL）；

*V*——试液总体积，单位为毫升（mL）；

*V1*——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

*V2*——测定试液的体积，单位为毫升（mL）；

*m*——试料的质量，单位为克（g）；

所得结果表示到小数点后二位有效数字。

8 精密度

8.1 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 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wSb*/% | 0.00134 | 0.0151 | 0.057 | 0.157 | 0.455 |
| *r*/% | 0.0002  | 0.0015  | 0.004  | 0.010  | 0.0134  |

8.2 再现性

在再现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再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wSb*/% | 0.00134 | 0.0151 | 0.057 | 0.157 | 0.455 |
| *R*/% | 0.0003  | 0.0031  | 0.008  | 0.0205  | 0.027  |

9试验报告

试验报告至少给出以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准（YS/T xxxx.7-201x）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。