

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 74.2—2010
代替 YS/T 74.2—1994

镉化学分析方法 第 2 部分：锑量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

Methods for chemical analysis of cadmium—
Part 2: Determination of antimony content—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国有色金属
行业标准
镉化学分析方法
第2部分:铈量的测定
氢化物发生-原子荧光光谱法
YS/T 74.2—2010

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字
2011年1月第一版 2011年1月第一次印刷

*

书号:155066·2-21438

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

YS/T 74—2010《镉化学分析方法》分为 11 个部分：

- 第 1 部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 2 部分：铈量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 3 部分：镍量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：铜量的测定 二乙基二硫代氨基甲酸铅分光光度法；
- 第 6 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 8 部分：铊量的测定 结晶紫分光光度法；
- 第 9 部分：锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第 10 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：砷、铈、镍、铅、铜、锌、铁、铊、锡和银量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 2 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YS/T 74.2—1994《镉化学分析方法 5-Br-PADAP 分光光度法测定铈量》，本部分与原标准相比，主要变化如下：

- 分析方法改为氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 补充了精密度、质量保证和控制条款；
- 增加了警告性提示；
- 增加了试验报告条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中冶葫芦岛有色金属集团有限公司。

本部分参加起草单位：北京矿冶研究总院、陕西东岭冶炼有限公司、辽宁出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：刘丽敏、李遵义、段越、姜求韬、杨伟林、李岩、董秀文。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 74.2—1994；
- GB/T 2134—1980。

镉化学分析方法

第2部分:铈量的测定

氢化物发生-原子荧光光谱法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验,并具备使用原子荧光光谱仪的技能,严格按照原子荧光光谱仪安全操作规程操作。

1 范围

YS/T 74 的本部分规定了镉中铈量的测定方法。

本部分适用于镉中铈量的测定。测定范围:0.000 10%~0.002 5%。

2 方法原理

试料用硝酸、酒石酸溶解。在盐酸介质中,用硫脲-抗坏血酸溶液将铈预还原为三价,在氢化物发生器中,铈被硼氢化钾还原生成氢化物,用氩气导入石英炉原子化器中,于原子荧光光谱仪上测量其荧光强度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 硼氢化钾。
- 3.2 酒石酸。
- 3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。
- 3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL),优级纯。
- 3.5 盐酸(1+1)。
- 3.6 盐酸(1+9)。
- 3.7 硝酸(1+1)。
- 3.8 硫脲-抗坏血酸溶液:称取硫脲、抗坏血酸各 25 g 溶解于 500 mL 水中。用时现配。
- 3.9 硼氢化钾溶液(20 g/L):称取 10.0 g 硼氢化钾(3.1)溶解于 500 mL 氢氧化钾溶液(5 g/L)中,当天配制。
- 3.10 硝酸-酒石酸溶液:称取 100 g 酒石酸溶解于 500 mL 硝酸(3.7)中。
- 3.11 铈标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铈($w_{\text{Sb}} \geq 99.99\%$)于 300 mL 烧杯中,加入 30 mL 硝酸(3.7),4 g 酒石酸(3.2),盖上表皿,加热溶解,低温蒸至近干,取下稍冷,加入 50 mL 盐酸(3.5),微热溶解盐类,煮沸除去氮的氧化物,取下冷却,用盐酸(3.5)定容于 1 000 mL 容量瓶中。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铈。
- 3.12 铈标准溶液:移取 2.00 mL 铈标准贮存溶液(3.11)于 1 000 mL 容量瓶中,用盐酸(3.5)定容。此溶液 1 mL 含 0.2 μ g 铈。

4 仪器

原子荧光光谱仪,附铈高强度空心阴极灯。屏蔽气和载气使用氩气($\geq 99.99\%$)。