

中华人民共和国国家标准

镓化学分析方法

原子吸收分光光度法测定锌量

UDC. 669.871:543
.42:546.47

GB 4375.10-84

Methods for chemical analysis of gallium
The atomic absorption spectrophotometric method for
the determination of zinc content

本标准适用于镓中锌的测定。测定范围：0.00050~0.020%。

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用硝酸和盐酸分解，以盐酸驱除硝酸。于7 N盐酸溶液中，用异丙醚萃取分离镓后，于原子吸收分光光度计波长213.9 nm处，以空气-乙炔火焰进行锌的测定。

2 试剂

2.1 硝酸，优级纯（比重1.42）。

2.2 盐酸，优级纯（比重1.19）。

2.3 盐酸（10+7）。

2.4 异丙醚：于分液漏斗中先用10%盐酸羟胺溶液或20%硫酸亚铁铵溶液振荡洗涤除去过氧化物，然后移入蒸馏瓶中，于80℃水浴上蒸馏提纯，收集67~69℃的馏份。再用盐酸（2.2）饱和。

2.5 锌标准贮存溶液：称取1.000g纯锌（99.9%以上）溶于50ml盐酸（1+1）中。冷却，用水移入1000ml容量瓶中，稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含1.0 mg锌。

2.6 锌标准溶液：移取50.00 ml锌标准贮存溶液（2.5），置于500 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含100 μg锌。

3 仪器

原子吸收分光光度计，配备空气-乙炔用燃烧器、锌空心阴极灯。

所用原子吸收分光光度计应达到下列指标：

最低灵敏度：工作曲线中所用等差浓度标准溶液的最高浓度标准溶液的吸光度应不低于0.500。

工作曲线线性：等差浓度标准溶液中，最高与次高浓度标准溶液的吸光度之差，应不小于最低浓度标准溶液与零浓度溶液吸光度差值的0.7倍。

最低稳定性：工作曲线中所用最高浓度标准溶液与零浓度溶液多次测量所得到的吸光度相对于最高浓度标准溶液吸光度平均值的变异系数，应分别小于1.1%和3.2%。最低稳定性中变异系数的计算见附录A（补充件）。

WYX-401型原子吸收分光光度计的工作条件参数见附录B（参考件）。

4 分析步骤

4.1 测定数量

称取两份试样进行测定，取其平均值。

国家标准局1984-04-30发布

1985-04-01实施

GB 4375.10—84

4.2 试样量

按表 1 称取试样。

表 1

锌 量, %	试 样 量, g
0.00050~0.0010	1.000
>0.0010~0.020	0.2000

4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

4.4 测定

4.4.1 将试样 (4.2) 置于 50ml 烧杯中, 加入 1.5ml 硝酸 (2.1), 盖上表皿, 放置 30min。加入 3 ml 盐酸 (2.2), 待剧烈反应停止后, 在约 120℃ 电炉上加热至试样完全溶解, 蒸发至近干, 再加入 2 ml 盐酸 (2.2), 继续蒸发至近干以驱除大部分硝酸。用 4 ml 盐酸 (2.3) 洗涤表皿及杯壁, 微热使盐类溶解, 冷却。

4.4.2 将溶液 (4.4.1) 移入 25ml 分液漏斗中, 用 1 ml 盐酸 (2.3) 洗涤杯壁两次, 洗液并入分液漏斗中。加入 10ml 异丙醚 (2.4), 振荡 2 min, 静置分层后, 将水相移入 25 ml 容量瓶中 [试样量为 0.2g 时, 则将水相移入 50ml 容量瓶中, 并加入 2.5ml 盐酸 (2.2)], 用水稀释至刻度, 混匀。

4.4.3 将溶液 (4.3 和 4.4.2) 在原子吸收分光光度计上, 于波长 213.9nm 处, 用空气-乙炔火焰, 以试剂空白溶液调零点, 测量其吸光度, 从工作曲线上查出相应的锌浓度。

4.5 工作曲线的绘制

4.5.1 移取 0、0.05、0.10、0.20、0.30、0.40、0.50ml 锌标准溶液 (2.6), 分别置于一组 50ml 容量瓶中, 各加入 5 ml 盐酸 (2.2), 用水稀释至刻度, 混匀。

4.5.2 将溶液 (4.5.1) 在原子吸收分光光度计上, 于波长 213.9nm 处, 用空气-乙炔火焰, 以试剂空白溶液调零点, 测量其吸光度。以锌浓度为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算锌的百分含量:

$$Zn(\%) = \frac{(C_2 - C_1)V}{m_0 \times 10^6} \times 100$$

式中: C_2 ——自工作曲线上查得的试样溶液的锌浓度, $\mu\text{g/ml}$;

C_1 ——自工作曲线上查得的随同试样空白溶液的锌浓度, $\mu\text{g/ml}$;

V ——被测溶液的体积, ml;

m_0 ——试样量, g。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

GB 4375.10—84

表 2

%

锌 量	允 许 差
0.0005 ~ 0.0008	0.0002
0.0008 ~ 0.0020	0.0003
0.0020 ~ 0.0050	0.0005
0.0050 ~ 0.0080	0.0007
0.008 ~ 0.020	0.002

附录 A
最低稳定性变异系数的计算
(补充件)

最高浓度标准溶液与零浓度溶液吸光读数的变异系数计算公式如下:

$$S_c = \frac{100}{C} \sqrt{\frac{\sum (C - \bar{C})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A1)$$

$$S_o = \frac{100}{C} \sqrt{\frac{\sum (O - \bar{O})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (A2)$$

- 式中: S_c ——最高浓度标准溶液吸光度的百分变异系数;
 C ——最高浓度标准溶液吸光度;
 \bar{C} ——最高浓度标准溶液吸光度的平均值;
 n ——测量次数;
 S_o ——零浓度溶液吸光度的百分变异系数;
 O ——零浓度溶液吸光度;
 \bar{O} ——零浓度溶液吸光度的平均值。

GB 4375.10—84

附录 B
WYX-401型原子吸收分光光度计的工作条件参数
(参考件)

元素	工作条件参数	波 长 nm	狭 缝 mm	灯 电 流 mA	空 气 流 量 l min	乙 炔 流 量 流量计刻度
锌		213.9	0.1	4	6.2	1.0

附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由中国有色金属工业总公司有色金属研究总院负责起草。

本标准主要起草人王淑娥。