

ICS 77.040.30
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 20127.12—2006

钢铁及合金 痕量元素的测定

第 12 部分 火焰原子吸收光谱法

免费标准下载网(www.freebz.net)

测定锌含量

Steel and alloy—Determination of trace element contents—
Part 12: Determination of zinc content by flame atomic
absorption spectrometric method

2006-03-02 发布

2006-09-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

GB/T 20127《钢铁及合金 痕量元素的测定》分为 13 个部分：

- 第 1 部分：石墨炉原子吸收光谱法测定银含量；
- 第 2 部分：氢化物发生-原子荧光光谱法测定砷含量；
- 第 3 部分：电感耦合等离子体光谱法测定钙、镁、钡含量；
- 第 4 部分：石墨炉原子吸收光谱法测定铜含量；
- 第 5 部分：萃取分离-罗丹明 B 光度法测定镓含量；
- 第 6 部分：没食子酸-示波极谱法测定锗含量；
- 第 7 部分：示波极谱法测定铅含量；
- 第 8 部分：氢化物发生-原子荧光光谱法测定铈含量；
- 第 9 部分：电感耦合等离子体光谱法测定钪含量；
- 第 10 部分：氢化物发生-原子荧光光谱法测定硒含量；
- 第 11 部分：电感耦合等离子体质谱法测定铟和铊含量；
- 第 12 部分：火焰原子吸收光谱法测定锌含量；

免费标准下载网(www.freebz.net)

本部分为 GB/T 20127 的第 12 部分。

本部分的附录 A 是资料性附录。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国钢标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：钢铁研究总院。

本部分参加起草单位：北京航空材料研究院、包头稀土研究院、邯郸钢铁集团、山东省冶金科学研究院。

本部分主要起草人：于凤莲。

钢铁及合金 痕量元素的测定

第 12 部分:火焰原子吸收光谱法

测定锌含量

1 范围

本部分规定了用火焰原子吸收光谱法测定锌含量的方法。

本部分适用于高温合金中质量分数为 0.000 5% ~ 0.05% 锌含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB 7728 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

免费标准下载网(www.freebz.net)

3 原理

试料用盐酸和硝酸混合酸溶解,稀释至一定容积。将试样溶液吸喷到空气-乙炔火焰中,用锌空心阴极灯作光源,于原子吸收光谱仪 213.9 nm 波长处测量其吸光度。以与试样同样量的铁或镍打底,绘制校准曲线。从校准曲线上查出样品溶液中锌的浓度,计算出质量分数。

4 试剂

分析中,除另有说明外,仅使用分析纯试剂和二次蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 盐酸, ρ 约 1.19 g/mL。

4.2 硝酸, ρ 约 1.42 g/mL。

4.3 无锌水,二次蒸馏水

4.4 锌标准溶液

4.4.1 锌储备液, 1 000.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

称取 1.000 0 g 纯锌(质量分数大于 99.9 %),置于 400 mL 烧杯中,以 20 mL 王水溶解,煮沸驱除氮氧化物,以水冲洗杯壁,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

此储备液 1 mL 含 1 000.0 μg 锌。

4.4.2 锌标准溶液, 100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

取 10.0 mL 锌储备液(4.4.1),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 100.0 μg 锌。

4.4.3 锌标准溶液, 10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

分取 10.0 mL 锌标准溶液(4.4.2),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

此溶液 1 mL 含 10.0 μg 锌。

4.5 纯铁,不含锌或含很低量的锌。

5 仪器

原子吸收光谱仪,备有空气-乙炔燃烧器,锌空心阴极灯、背景校正系统和高速记录仪或联机读取装置。

空气、乙炔要足够纯净(不含水、油和锌),以提供稳定清澈的贫燃火焰。

所用原子吸收光谱仪,均应达到下列指标:

5.1 精密度的最低要求

用最高浓度的校准溶液,测量10次吸光度,其标准偏差应不超过吸光度平均值的1.0%;用最低浓度的校准溶液(不是零校准液),测量10次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度校准溶液平均吸光度的0.5%。

5.2 特征浓度

在与最终测量样品溶液的基体相一致的溶液中,锌的特征浓度应小于0.03 μg/mL。

5.3 检出限

在与最终测量样品溶液的基体相一致的溶液中,锌的检出限应小于0.01 μg/mL。

5.4 校准曲线的线性

校准曲线上部20%浓度范围内的斜率(表示为吸光度的变化量)与下部20%浓度范围内的斜率之比应不小于0.7。

免费标准下载网(www.freebz.net)

根据 GB/T 20066 或适当的国家标准取制样。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取0.50 g 试料,精确至0.1 mg

7.2 空白试验

随同试料做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试样溶液的制备

将试料(7.1)置于100 mL 烧杯中,加5 mL 盐酸(4.1),加热溶解。滴加(1~2) mL 硝酸(4.2)氧化,加热煮沸驱除氮氧化物。冷却至室温。转移到50 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,混匀:

1)当锌的质量分数小于或等于0.005%时,用上述试液直接测定;

2)当锌的质量分数大于0.005%时,移取5 mL 上述试液至50 mL 容量瓶中,补加4.5 mL 盐酸(4.1),用水稀释到刻度,混匀。空白溶液与试样溶液同样稀释相同倍数。

7.3.2 测量

在原子吸收光谱仪上,于波长213.9 nm 处,以空气-乙炔火焰,用水调零,测量其吸光度。

7.4 校准曲线的绘制

称取7份与试料同样量的纯铁,与试样同时处理。分别移入50 mL 容量瓶中,分别加入0、0.25、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 mL 锌溶液(4.4.3),用水稀释至刻度,混匀。在原子吸收光谱仪上,于波长213.9 nm 处,以空气-乙炔火焰,用水调零,测量其吸光度。

校准曲线系列每一溶液的吸光度减去零浓度溶液的吸光度为锌校准曲线系列的净吸光度,以锌的浓度为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制工准曲线。

8 分析结果的计算

锌含量以质量分数 w_{Zn} 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_{Zn} = \frac{(\rho_2 - \rho_1) \times V \times f \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_2 ——自校准曲线上查得的试样溶液中锌的浓度的数值,单位为微克/毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_1 ——自校准曲线上查得的随同试样空白溶液中锌的浓度的数值,单位为微克/毫升($\mu\text{g/mL}$);

f ——稀释倍数;

V ——被测试样溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果保留 2 位有效数字。

9 精密度

本部分的精密度数据是在 2003 年由 6 个实验室对锌含量的 4 个水平进行共同试验所确定的。按照 GB/T 6379 的规定各实验室对锌含量的每个水平测定 4 次完成的。各实验室报出的原始数据(测定值)见附录 A(资料性附录)。原始数据按照 GB/T 6379 进行统计分析,精密度见表 1。

免费标准下载网(www.freebz.net)

锌含量(质量分数)/%	重复性限 r	再现性限 R
0.000 5~0.05	$\lg r = -1.303 1 + 0.805 9 \lg m$	$\lg R = -0.642 2 + 0.997 8 \lg m$

重复性限 r 、再现性限 R 按以上表 1 给出的方程求得。

式中: m 是两个测定值的平均值,单位为%(质量分数)。

在重复性条件下,获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于重复性限 r ,大于重复性限 r 的情况以不超过 5%为前提;

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 ,大于再现性限 R 的情况以不超过 5%为前提。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 识别样品、实验室及分析日期所需的全部资料;
- 引用本部分所用的方法;
- 结果及表达形式;
- 测量过程中观察到的异常现象;
- 任何本部分中未规定的操作,或任何可能影响结果的操作;
- 试验日期。

附录 A
(资料性附录)

火焰原子吸收光谱法测定锌含量的精密度试验原始数据

表 A.1

实验室	锌含量(质量分数)/%			
	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4
1	0.000 63	0.002 15	0.003 05	0.010 8
	0.000 58	0.002 23	0.003 22	0.010 2
	0.000 60	0.001 93	0.003 13	0.010 6
	0.000 58	0.001 89	0.003 05	0.010 7
	0.000 67	0.002 31	0.003 24	0.010 7
	0.000 65	0.002 05	0.003 51	0.010 8
	0.000 68	0.002 03	0.003 16	0.010 3
	0.000 68	0.002 33	0.003 27	0.011 2
	0.000 69	0.002 32	0.003 32	0.010 8
	0.000 63	0.002 03	0.003 19	0.010 6
	0.000 68	0.001 97	0.003 35	0.010 7
3	—	—	—	0.012 4
	—	—	—	0.012 3
	—	—	—	0.013 2
	—	—	—	0.013 3
	—	—	—	0.013 0
4	0.000 52	0.001 86	0.003 13	0.010 9
	0.000 55	0.001 97	0.003 03	0.010 3
	0.000 60	0.002 03	0.003 06	0.011 0
	0.000 54	0.001 95	0.003 08	0.010 8
	0.000 54	0.002 02	0.003 12	0.011 0
	0.000 61	0.001 89	0.003 01	0.010 7
5	0.000 50	0.001 78	0.002 83	0.009 36
	0.000 60	0.001 96	0.002 91	0.008 97
	0.000 60	0.001 99	0.003 06	0.008 69
	0.000 50	0.001 97	0.003 14	0.009 98
	0.000 63	0.002 09	0.003 25	0.010 9
	0.000 62	0.002 09	0.003 41	0.010 8

免费标准下载网(www.freebz.net)

表 A.1(续)

实验室	锌含量(质量分数)/%			
	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4
6	0.000 66	0.002 01	0.003 08	0.009 75
	0.000 60	0.001 99	0.002 91	0.011 4
	0.000 75	0.002 01	0.003 02	0.009 99
	0.000 74	0.002 10	0.003 30	0.011 0
	0.000 64	0.002 07	0.003 28	0.010 8
	0.000 77	0.002 22	0.003 11	0.011 0

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢 铁 及 合 金 痕 量 元 素 的 测 定
第 12 部 分：火 焰 原 子 吸 收 光 谱 法
测 定 锌 含 量

GB/T 20127.12—2006

*

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.bzcb.com

电 话：68523946 68517548

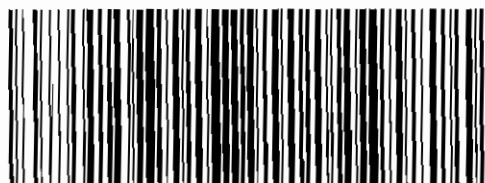
中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷
各 地 新 华 书 店 经 销

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 0.75 字 数 10 千 字
2006 年 8 月 第 一 版 2006 年 8 月 第 一 次 印 刷

*

书 号：155066·1 27808 定 价 10.00 元



GB/T 20127.12-2006

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