



中华人民共和国国家标准

GB/T 8151.24—2021

锌精矿化学分析方法 第 24 部分：可溶性锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of zinc concentrates—
Part 24: Determination of soluble zinc content—
Flame atomic absorption spectrometry

2021-04-30 发布

2021-11-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
锌精矿化学分析方法
第 24 部分:可溶性锌含量的测定
火焰原子吸收光谱法
GB/T 8151.24—2021

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2021 年 4 月第一版

*

书号: 155066 • 1-67111

版权专有 侵权必究

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 8151《锌精矿化学分析方法》的第24部分。GB/T 8151 已经发布了以下部分：

- 第1部分：锌量的测定 沉淀分离 Na_2EDTA 滴定法和萃取分离 Na_2EDTA 滴定法；
- 第2部分：硫量的测定 燃烧中和滴定法；
- 第3部分：铁量的测定 Na_2EDTA 滴定法；
- 第4部分：二氧化硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第5部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第6部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第7部分：砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和溴酸钾滴定法；
- 第8部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第9部分：氟量的测定 离子选择电极法；
- 第10部分：锡量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第11部分：锑量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法；
- 第12部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第13部分：锗量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法和苯茚酮分光光度法；
- 第14部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第15部分：汞量的测定 原子荧光光谱法；
- 第16部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第17部分：锌量的测定 氢氧化物沉淀- Na_2EDTA 滴定法；
- 第18部分：镓量的测定 离子交换- Na_2EDTA 滴定法；
- 第19部分：金和银含量的测定 铅析或灰吹火试金和火焰原子吸收光谱法；
- 第20部分：铜、铅、铁、砷、镉、锑、钙、镁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第21部分：铈量的测定 电感耦合等离子体质谱法和电感耦合等离子体-原子发射光谱法；
- 第22部分：锌、铜、铅、铁、铝、钙和镁含量的测定 波长色散 X 射线荧光光谱法；
- 第23部分：汞含量的测定 固体进样直接法；
- 第24部分：可溶性锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本文件起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、紫金矿业集团股份有限公司、江苏北矿金属循环利用科技有限公司、中国检验认证集团广西有限公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、防城海关综合技术服务中心、株洲冶炼集团股份有限公司、水口山有色金属有限责任公司、北方铜业股份有限公司、清远佳致新材料研究院有限公司、云南驰宏锌锗股份有限公司、湖南省有色地质勘查研究院、郴州市产商品质量监督检验所。

本文件主要起草人：师世龙、蔡晖、左鸿毅、黄萍、谭秀丽、杨页好、索云肖、叶玲玲、杨炳红、黄一帆、谢毓群、罗荣根、周童、魏雅娟、易嘉、韦猛、何龙凉、雷素函、余灿辉、李鸿英、付海阔、程林、李金岩、谢磊、谢喜清、刘剑锋、张彩枝、骆月英、高延粉、黄利宁、杨华东、谢燕红、吴雪英、钱俊妃。

锌精矿化学分析方法

第 24 部分：可溶性锌含量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本文件规定了锌精矿中可溶性锌含量的测定方法。

本文件适用于锌精矿中可溶性锌含量的测定。测定范围：0.1%~10.5%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

可溶性锌 **soluble zinc**

锌精矿中易溶解于氨水-氯化铵溶剂中的硫酸锌、碳酸锌、氧化锌等多种含锌化合物。

4 方法提要

试料用氨水-氯化铵为溶剂，选择性浸出可溶性锌，加入适量抗坏血酸与二水合二氯化亚锡作为抑制剂，使硫酸锌、氧化锌、碳酸锌等可溶性锌与硫化锌及难溶性锌盐实现有效分离。在稀硝酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处测定锌的吸光度，按标准曲线法计算可溶性锌的含量。

5 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符合 GB/T 6682 规定的二级水。

5.1 二水合二氯化亚锡。

5.2 硝酸($\rho=1.40\text{ g/mL}$)。

5.3 硝酸(1+1)。

5.4 氨水-氯化铵-抗坏血酸溶液：称取 160 g 氯化铵、5 g 抗坏血酸溶于 200 mL 水中，加入 400 mL 氨水($\rho=0.91\text{ g/mL}$)，用水稀释至 1 000 mL，混匀。此溶液现配现用。

5.5 锌标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属锌($w_{\text{Zn}} \geq 99.99\%$)于 250 mL 烧杯中,缓慢加入 60 mL 硝酸(5.3),盖上表面皿,待剧烈反应完全后,低温加热至溶解完全,以少量水吹洗表面皿及杯壁,煮沸驱除氮的氧化物,取下冷却,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 锌。

5.6 锌标准溶液 A:移取 10.00 mL 锌标准贮存溶液(5.5)于 100 mL 容量瓶中,加入 6 mL 硝酸(5.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 锌。

5.7 锌标准溶液 B:移取 1.00 mL 锌标准贮存溶液(5.5)于 100 mL 容量瓶中,加入 6 mL 硝酸(5.3),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 锌。

6 仪器

6.1 原子吸收光谱仪,附锌空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

——特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,锌的特征质量浓度不大于 0.04 $\mu\text{g}/\text{mL}$;

——精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次,其吸光度的标准偏差应不超过其平均吸光度的 1.0%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%;

——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 0.7。

6.2 电热恒温水浴锅。

7 试样

7.1 试样粒度应不大于 0.096 mm。

7.2 试样应在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干 2 h,并置于干燥器中冷却至室温备用。

8 试验步骤

8.1 试料

称取 0.10 g 试样,精确至 0.000 1 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 将试料置于 250 mL 烧杯中,用少量水将试样润湿,加入 0.015 g~0.025 g 二水合二氯化亚锡(5.1),摇散,加入 100 mL 氨水-氯化铵-抗坏血酸溶液(5.4),盖上表面皿,置于 $70\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温水浴锅(6.2)中加热浸取 1 h,间断搅拌(防止试料沾底),取下,冷却。将溶液移至入 250 mL 容量瓶,用水定容至刻度,混匀。用中速滤纸干过滤,弃去初滤液,保留中段滤液。

8.4.2 分取 10.00 mL 滤液于 100 mL 容量瓶,补加 6 mL 硝酸(5.3),用水定容至刻度,混匀。

8.4.3 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处,以水调零,与系列标准溶液同步测定

锌的吸光度,从工作曲线上查得相应的锌浓度。

8.5 工作曲线的绘制

8.5.1 工作曲线 I (可溶性锌含量范围:0.10%~2.00%):

分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 锌标准溶液 B(5.7)于一组 100 mL 容量瓶中,加入 6 mL 硝酸(5.3),加入 4 mL 氨水-氯化铵-抗坏血酸溶液(5.4),用水稀释至刻度,混匀。

8.5.2 工作曲线 II (可溶性锌含量范围:>2.00%~10.50%):

分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 锌标准溶液 A(5.6)于一组 100 mL 容量瓶中,加入 6 mL 硝酸(5.3),加入 4 mL 氨水-氯化铵-抗坏血酸溶液(5.4)。用水稀释至刻度,混匀。

8.5.3 使用空气-乙炔火焰,根据质量浓度,调整燃烧头角度,于原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处,以水调零。测量系列标准溶液的吸光度,减去系列标准溶液中“零浓度”溶液的吸光度,以锌的质量浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

8.6 试验数据处理

可溶性锌含量以锌的质量分数 $\omega_{\text{可溶性锌}}$ 计,按公式(1)计算:

$$\omega_{\text{可溶性锌}} = \frac{(\rho - \rho_0) \cdot V \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m \cdot V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ρ ——自工作曲线上查得的测定试液中锌的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- ρ_0 ——自工作曲线上查得的空白试液中锌的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——测定试液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试料的质量,单位为克(g);
- V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示至小数点后两位。数值修约按照 GB/T 8170 规定执行。

9 精密度

9.1 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 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 重复性限

$\omega_{\text{可溶性锌}}/\%$	0.33	1.31	3.16	6.12	10.08
$r/\%$	0.09	0.16	0.25	0.36	0.50

9.2 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 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

$w_{\text{可溶性锌}}/\%$	0.33	1.31	3.16	6.12	10.08
$R/\%$	0.12	0.25	0.34	0.48	0.62

10 试验报告

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

- 试样；
- 本文件编号,GB/T 8151.24—2021；
- 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。



GB/T 8151.24-2021



码上扫一扫 正版服务到

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 • 1-67111