

前 言

本标准是对 GB/T 1827—1979《锡精矿中锌量的测定（极谱法）》的修订，修订的主要内容是：采用火焰原子吸收光谱法测定锌量。测定范围：0.005%~3.00%。

本标准自实施之日起，同时代替 GB/T 1827—1979。

本标准中附录 A 是资料性附录。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责归口。

本标准由云南锡业集团有限责任公司、柳州华锡集团有限责任公司负责起草。

本标准由云南锡业集团有限责任公司起草。

本标准由昆明冶金研究院、柳州华锡集团有限责任公司参加起草。

本标准主要起草人：蔡 静、张红玲、王青。

本标准主要验证人：毛禹平、韦荣春、范丽汇、唐仁平。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 1827—1979。

锡精矿化学分析方法

锌量的测定 火焰原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了锡精矿中锌含量的测定方法。

本标准适用于锡精矿中锌含量的测定。测定范围：0.005%~3.00%。

2 方法原理

试料用盐酸、硝酸分解，在盐酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处，测量其吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，优级纯。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)，优级纯。

3.3 锌标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属锌(99.999%)置于 200 mL 聚四氟乙烯塑料烧杯中，加入 10 mL 盐酸，低温加热至完全溶解，冷却，用水移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度，混匀。移入塑料瓶中贮存。此溶液 1 mL 含 100 μ g 锌。

4 仪器

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(燃烧器转角 45°)，锌的特征浓度应不大于 0.065 μ g/mL。
- 精密度：用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度，其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成五段，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。
- 仪器工作条件见附录 A(资料性附录)。

5 试样

5.1 试样粒度应不大于 0.074 mm。

5.2 试样应在 105℃ \pm 5℃烘箱中烘 1 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样(5)，精确至 0.000 1 g。

表 1

锌含量/%	试料/g	分取试液体积/mL	盐酸/mL	测量时试液体积/mL
0.005~0.010	0.2	全量	—	50
>0.010~0.100	0.2	全量	—	50
>0.10~0.50	0.2	5	5	50
>0.50~3.00	0.1	5	10	100

6.2 测定次数

独立地进行 2 次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 200 mL 聚四氟乙烯塑料烧杯或无锌烧杯中,加入(10~15) mL 盐酸,低温加热(3~5) min,稍冷,加入(3~5) mL 硝酸,继续加热并蒸至近干,取下,冷却。加入(5~10) mL 盐酸,用水吹洗表皿及杯壁,微热使盐类溶解,取下,冷却。

6.4.2 将试液(6.4.1)移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.3 按表 1 分取试液于容量瓶中,按表 1 加入盐酸,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.4 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处,燃烧器转角 45°,与标准溶液系列同时以水调零,测量试液中锌的吸光度。减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的锌浓度。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0.05,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 锌标准溶液,分别置于一组 100 mL 容量瓶中,各加入 10 mL 盐酸,用水稀释至刻度,混匀。

6.5.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处,燃烧器转角 45°,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。以锌的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按式(1)计算锌含量 $w(\text{Zn})(\%)$:

$$w(\text{Zn}) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c ——自工作曲线上查得的锌浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);
- V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——测量时试液体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至两位小数。若锌含量小于 0.30% 时,表示至三位小数。

8 精密度

8.1 重复性条款

$w(\text{Zn})(\%)$:0.030	0.30	0.66	1.25
$r(\%)$:0.002	0.015	0.04	0.07

8.2 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。

表 2

%

$w(\text{Zn})$	允许差
0.005~0.050	0.004
>0.050~0.100	0.008
>0.100~0.30	0.015
>0.30~0.50	0.03
>0.50~1.00	0.05
>1.00~3.00	0.10

附录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

使用 WFX-1D 型原子吸收光谱仪测定锌量的参考工作条件如表 A.1。

表 A.1

波长/ nm	灯电流/ mA	单色器通带/ nm	燃烧器高度/ mm	空气流量/ (L/min)	乙炔流量/ (L/min)
213.9	1	0.4	6	5.0~6.0	0.8