

GB/T 3220.5—1998

前 言

本标准是对 GB 8220.5—87《铋化学分析方法 原子吸收分光光度法测定铋量》的修订,修订时将原水解沉淀分离改为超声波固液萃取分离,简化了分析步骤,并将原标准中样品的两种预处理方法归一。

本标准遵守:

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7729—1987 冶金产品化学分析 分光光度法通则

本标准是 GB/T 915—1995《铋》的配套标准。

本标准的编写方法符合 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定》的规定。

本标准从实施之日起,同时代替 GB 8220.5—87 及 GB/T 915—1995《铋》附录 D。

本标准的附录 A 是提示的附录。

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标准计量研究所归口。

本标准由株洲冶炼厂负责起草。

本标准参加起草单位沈阳冶炼厂。

本标准主要起草人:刘颂禹、裴治世。

本标准 1966 年首次发布,1976 年 10 月第 1 次修订,1987 年 9 月第 2 次修订。

中华人民共和国国家标准

铋化学分析方法
固液萃取分离-火焰
原子吸收光谱法测定锌量

GB/T 8220.5-1998

代替 GB 8220.5-87

Methods for chemical analysis bismuth
—Determination of zinc content—Solid-liquid extraction
—flame atomic absorption spectrophotometric method

1 范围

本标准规定了铋中锌量的测定方法。

本标准适用于铋中锌量的测定。测定范围：0.000 05%~0.007 0%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解，蒸发至恰干（应避免生成氮氧化物），加入相应体积的水相，进行超声波固液萃取，使锌与主体分离，上清液用空气-乙炔火焰于原子吸收光谱仪波长 213.8 nm 处测量锌的吸光度，以标准曲线法计算锌量。

3 试剂

制备溶液和分析用水均为石英蒸馏水，实验所用器皿均用稀硝酸(1+4)浸泡后，用石英蒸馏水彻底清洗。

3.1 硝酸(1+1)，高纯。

3.2 锌标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属锌(≥99.99%)，置于 200 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸(3.1)，低温加热至完全溶解，煮沸除去氮氧化物，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 0.1 mg 锌。

3.3 锌标准溶液：移取 10.00 mL 锌标准贮存溶液(3.2)于 100 mL 容量瓶中，加入 2 mL 硝酸(3.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 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：

灵敏度：在与测量样品溶液基体相一致的溶液中，锌的特征浓度应不大于 0.013 μg/mL。

精密性：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 0.8。

国家质量技术监督局 1998-08-19 批准

1999-03-01 实施

GB/T 8220.5—1998

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样。

表 1

锌含量, %	试料, g	加硝酸(3.1)量, mL	水相体积, mL
0.000 05~0.000 10	2.000	8	15.0
>0.000 1~0.001 0	1.000	5	15.0
>0.001 0~0.002 0	0.500	5	15.0
>0.002 0~0.004 0	0.250	5	15.0
>0.004 0~0.007 0	0.250	5	25.0

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于 50 mL 烧杯中,按表 1 加入硝酸(3.1),盖上表皿,低温加热溶解试料,蒸发溶液至近干,加入 2 mL 水,再次蒸发至恰干(应避免生成氮氧化物),取下,冷却至室温。

5.3.2 按表 1 用滴定管加入相应体积的水相,用玻璃棒捣碎盐的沉淀。

5.3.3 将烧杯浸入内盛水深为 20~30 mm 的超声波清洗器槽内,在室温下边搅拌边超声萃取 10 min,取出,静置 30 min。

5.3.4 将上清液干过滤于 10 mL 比色管中(或用离心机离心分离)。

5.3.5 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 213.8 nm 处,与标准系列同时,以水调零测量试液吸光度,减去随同试料的空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的锌浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0、2.50、5.00、10.00、15.00、20.00 mL 锌标准溶液(3.3)分别置于一组 250 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 与试料测定相同条件下,测量标准溶液吸光度,减去标准系列“零”浓度溶液吸光度,以锌浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算与表述

按下式计算锌的百分含量:

$$Zn(\%) = \frac{c \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中: c ——自工作曲线上查得的锌浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——水相体积, mL;

m ——试料的质量, g。

分析结果应保留 2 位有效数字。

7 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/T 8220.5—1998

表 2

%

锌 量	允许差
0.000 05~0.000 10	0.000 03
>0.000 10~0.000 30	0.000 05
>0.000 3~0.001 0	0.000 1
>0.001 0~0.003 0	0.000 4
>0.003 0~0.007 0	0.000 7

GB/T 8220.5—1998

附录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

GGX-6A 型原子吸收光谱仪的参考工作条件如表 A1:

表 A1

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
213.8	3.00	0.1	22.00	7.00	5.00