

ICS 73.080  
D 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.20—2010  
代替 GB/T 14506.20—1993

GB/T 14506.20—2010

## 硅酸盐岩石化学分析方法 第 20 部分：锌量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—  
Part 20: Determination of zinc content

中华人民共和国  
国家标准  
硅酸盐岩石化学分析方法  
第 20 部分：锌量测定  
GB/T 14506.20—2010

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.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

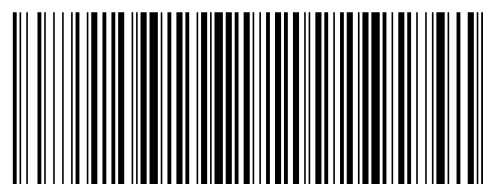
电话：68523946 68517548

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 16 千字  
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

书号：155066·1-40964 定价 16.00 元

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



GB/T 14506.20—2010

2010-11-10 发布

2011-02-01 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

5.4.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样。在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定,最终以干态计算结果。

## 5.5 分析步骤

### 5.5.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

### 5.5.2 试料量

称取 0.5 g 试料,精确至 0.1 mg。

### 5.5.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验,所用试剂应取自同一试剂瓶,加入同等的量。

### 5.5.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

### 5.5.5 测定

#### 5.5.5.1 试料的分解

将试料(5.5.2)置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,用水润湿,加 15 mL 盐酸(5.2.1),盖上表面皿,置于电热板上加热分解,煮沸 5 min,取下稍冷,加 5 mL 硝酸(5.2.3),继续加热至剧烈反应停止,稍冷,用水吹洗表面皿并移去,加 20 mL 氢氟酸(5.2.4)、3 mL~4 mL 高氯酸(5.2.5),于电热板上加热蒸发至高氯酸刚开始冒烟,取下冷却,用水冲洗杯壁,继续加热至高氯酸白烟冒尽(若样品分解不完全,可在未蒸干前补加氢氟酸继续蒸干)。取下冷却,沿杯壁加入 5 mL 盐酸(5.2.2),加 5 mL 饱和硼酸溶液(5.2.6),加热使盐类溶解。冷却至室温,用水移入 50 mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀,放置 20 min 后测定。

注 1: 试料溶液尽快测定,以防止残留的痕量氟对玻璃器皿的侵蚀,使空白值增高。

注 2: 含量超过校准曲线时,随同试料的空白试验溶液(5.5.3)进行稀释。

#### 5.5.5.2 校准溶液系列的配制

取 0 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10 mL 锌标准溶液[5.2.7b)]于一系列 100 mL 容量瓶中,各加入 10 mL 盐酸(5.2.2),加 10 mL 饱和硼酸溶液(5.2.6),用水稀释至刻度,摇匀。

### 5.5.6 吸光度测量

**警告**——应按照原子吸收分光光度计仪器使用规程点燃和熄灭空气-乙炔燃烧器,以避免可能的爆炸危险。

在原子吸收分光光度计上,调节波长为 213.9 nm,光谱带宽为 0.7 nm~1.3 nm,点燃空气-乙炔火焰,用水调零,测量锌的吸光度。先用校准溶液系列中浓度最大的喷测,并调节火焰状态和燃烧器位置与高度,使测得的吸光度为最大。然后按浓度由低至高的顺序,依次喷测锌校准溶液系列、空白溶液和待测试样溶液(包括标准物质溶液)的吸光度。

### 5.5.7 校准曲线绘制

以锌校准溶液系列的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线,从校准曲线上分别查得相应的锌量。

## 5.6 结果计算

计算结果以质量分数  $w(\text{Zn})$  计,数值以  $\mu\text{g/g}$  表示,按式(3)计算锌量。

$$w(\text{Zn}) = \frac{(\rho - \rho_0)V}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$\rho$  ——从校准曲线上查得的试料溶液中锌的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$\rho_0$  ——从校准曲线上查得的试料空白溶液中锌的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V$  ——试料溶液体积,单位为毫升(mL);

$m$  ——试料量,单位为克(g)。

分析结果表示至小数点后第一位。

# 前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成:

- 第 1 部分:吸附水量测定;
- 第 2 部分:化合水量测定;
- 第 3 部分:二氧化硅量测定;
- 第 4 部分:三氧化二铝量测定;
- 第 5 部分:总铁量测定;
- 第 6 部分:氧化钙量测定;
- 第 7 部分:氧化镁量测定;
- 第 8 部分:二氧化钛量测定;
- 第 9 部分:五氧化二磷量测定;
- 第 10 部分:氧化锰量测定;
- 第 11 部分:氧化钾和氧化钠量测定;
- 第 12 部分:氟量测定;
- 第 13 部分:硫量测定;
- 第 14 部分:氧化亚铁量测定;
- 第 15 部分:锂量测定;
- 第 16 部分:铷量测定;
- 第 17 部分:铯量测定;
- 第 18 部分:铜量测定;
- 第 19 部分:铅量测定;
- 第 20 部分:锌量测定;
- 第 21 部分:镍和钴量测定;
- 第 22 部分:钒量测定;
- 第 23 部分:铬量测定;
- 第 24 部分:镉量测定;
- 第 25 部分:钼和钨量测定;
- 第 26 部分:钽量测定;
- 第 27 部分:镱量测定;
- 第 28 部分:16 个主次成分量测定;
- 第 29 部分:稀土等 22 个元素量测定;
- 第 30 部分:44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 20 部分。

本部分代替 GB/T 14506.20—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 锌的测定》。

本部分与 GB/T 14506.20—1993 相比主要变化如下:

- 增加了规范性引用文件;
- 增加了警示、警告内容。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：国家地质实验测试中心、黑龙江省地质矿产测试应用研究所。

本部分主要起草人：李亚、董波、王苏明。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.20—1993。

#### 4.5.7 校准曲线绘制

以校准溶液系列的锌量为横坐标，峰高为纵坐标，绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的锌量。

#### 4.6 结果计算

4.6.1 计算结果以质量分数  $w(\text{Zn})$  计，数值以  $\mu\text{g/g}$  表示，按式(2)计算锌量。

$$w(\text{Zn}) = \frac{m_1 - m_0}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$m_1$ ——从校准曲线上查得试料溶液的锌量，单位为微克( $\mu\text{g}$ )；

$m_0$ ——从校准曲线上查得试料空白溶液的锌量，单位为微克( $\mu\text{g}$ )；

$m$ ——试料量，单位为克(g)。

4.6.2 分析结果以  $x.x \mu\text{g/g}$ 、 $xx.x \mu\text{g/g}$ 、 $xxx \mu\text{g/g}$  表示。

#### 4.7 精密度

乙二胺底液极谱法测定硅酸盐岩石中锌量结果的精密度见表 2。

表 2 精密度

单位为微克每克

成 分	水平范围 $m$	重复性限 $r$	再现性限 $R$
Zn	22.0~159	$r=0.721+0.179m$	$R=-2.754+0.348m$
注：本精密度数据是由 7 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。			

### 5 火焰原子吸收分光光度法

#### 5.1 原理

试料用盐酸、硝酸分解，氢氟酸、高氯酸处理，蒸发至冒尽高氯酸白烟，残渣用稀盐酸加热浸取，制成 5% 盐酸溶液。在原子吸收分光光度计上，以塞曼效应或连续光谱灯校正背景，于波长 213.9 nm 处，在空气-乙炔火焰中测量锌的吸光度，计算锌量。

#### 5.2 试剂

5.2.1 盐酸( $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ )，优级纯。

5.2.2 盐酸(1+1)。

5.2.3 硝酸( $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ )，优级纯。

5.2.4 氢氟酸( $\rho 1.15 \text{ g/mL}$ )。警告——氢氟酸有毒并有腐蚀性，操作时应戴手套，防止皮肤接触。

5.2.5 高氯酸( $\rho 1.68 \text{ g/mL}$ )，优级纯。警告——易爆品，小心操作！

5.2.6 饱和硼酸溶液。

5.2.7 锌标准溶液：

a) 锌标准溶液( $1.00 \mu\text{g/mL}$ )：称取 1.000 0 g 高纯锌 [预先用(1+9)盐酸洗净表面，然后分别用水和无水乙醇洗涤，风干后备用]置于 250 mL 烧杯中，加入 25 mL 盐酸(5.2.2)，盖上表面皿。加热溶解完全后，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 锌；

b) 锌标准溶液( $20.0 \mu\text{g/mL}$ )：分取 20.0 mL 锌标准溶液[5.2.7a)]，置于 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1 mL 含 20.0  $\mu\text{g}$  锌。用时现配。

#### 5.3 仪器

5.3.1 原子吸收分光光度计，配有锌空心阴极灯。

5.3.2 天平：三级，感量 0.1 mg。

#### 5.4 试样

5.4.1 试样粒径应小于 74  $\mu\text{m}$ 。

5.4.2 试样应在 105  $^{\circ}\text{C}$  预干燥 2 h~4 h，置于干燥器中，冷却至室温。