

ICS 77.040.30
H 13



中华人民共和国国家标准

GB/T 12689.2—2004
代替 GB/T 12689.4—1990

GB/T 12689.2—2004

锌及锌合金化学分析方法 砷量的测定 原子荧光光谱法

The methods for chemical analysis of zinc and zinc alloys—
The determination of arsenic content—
The atomic fluorescence spectrometer method

中华人民共和国
国家标准
锌及锌合金化学分析方法
砷量的测定 原子荧光光谱法
GB/T 12689.2—2004

*

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.bzchs.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 0.5 字数 10 千字

2004年7月第一版 2004年7月第一次印刷

*

书号:155066·1-21218 定价 8.00 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 12689.2—2004

2004-04-30 发布

2004-10-01 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

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

- 检出限:不大于 1×10^9 g/mL。
- 精密度:用 $0.1 \mu\text{g/mL}$ 的砷标准溶液测量荧光强度 10 次,其标准偏差应不超过平均荧光强度的 5.0%。
- 原子荧光光谱仪的参考工作条件:
 - 灯电流 80 mA;
 - 负高压 260 V;
 - 载气流量 400 mL/min;
 - 屏蔽气流量 800 mL/min。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 1.000 g 试样,精确至 0.000 1 g。

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 100 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 10 mL 硝酸(3.2.3),低温溶解完全,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 按表 1 分取试液于相应的容量瓶中,按表 1 加入盐酸(3.1.6)和硫脲—抗坏血酸溶液(3.2.5),用水稀释至刻度,混匀。室温放置 25 min。

表 1

砷含量(质量分数)/%	分取试液体积/mL	加入盐酸(3.1.6)量/mL	加入硫脲—抗坏血酸(3.2.5)量/mL	定容体积/mL
0.0010~0.010	10.0	10	10	100
>0.010~0.020	10.0	20	20	200
>0.020~0.050	5.0	20	20	200

5.3.3 在原子荧光光谱仪上,以盐酸(3.2.2)为载流剂,硼氢化钾溶液(3.2.6)为还原剂,以砷特种空心阴极灯为激发光源,测量试料溶液砷的荧光强度,减去试料空白溶液的荧光强度,从工作曲线上查出砷的浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00、12.00、14.00 mL 砷标准溶液(3.3.2)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 盐酸(3.1.6)和 10 mL 硫脲—抗坏血酸溶液(3.2.5),用水稀释至刻度,混匀,放置 25 min。该标准溶液对应的砷的浓度为 0、0.020、0.040、0.060、0.080、0.100、0.120、0.140 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.4.2 在与试料测定相同条件下测量标准溶液的荧光强度,减去试剂空白溶液的荧光强度。以砷浓度为横坐标,荧光强度值为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算砷含量 $w(\text{As})$:

前 言

本系列标准共有 12 部分,本部分为第 2 部分。

本部分是对 GB/T 12689.4—1990《锌及锌合金化学分析方法 钼蓝分光光度法测定砷量》的修订。

本部分与 GB/T 12689.4—1990 相比,主要有如下变动:

- 对文本格式进行了修改,补充了精密度与质量保证和控制条款;
- 改变了测定方法,由钼蓝分光光度法修改为原子荧光光谱法,测定范围由 0.002%~0.02% 修改为 0.0010%~0.050%。

本部分代替 GB/T 12689.4—1990。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分由葫芦岛有色集团公司负责起草。

本部分由株洲冶炼集团公司起草。

本部分由深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂、葫芦岛有色集团公司、云南驰宏锌锗股份有限公司参加起草。

本部分主要起草人:王军学、何宗蒲。

本部分主要验证人:唐红、蔡强、刘飞、李艳。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 473—1976;
- GB/T 12689.4—1990。