

光度,从工作曲线上查出相应的锌质量的数值。

5.2.4.7 与试样测定同时做空白试验。

5.2.5 工作曲线的绘制

5.2.5.1 移取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 锌标准溶液(5.2.2.17)(相当于 0 μg、10 μg、20 μg、30 μg、40 μg、50 μg 锌),分别置于一组 60 mL 分液漏斗中,用水稀释至 20 mL,加入 2.0 mL 亚硝酸钠溶液,二滴对硝基酚指示液,滴加氨水溶液中和至溶液黄色出现,再用硫酸溶液(5.2.2.8)调至恰好无色。以下按 5.2.4.4~5.2.4.6 进行。其中以零浓度溶液作参比,测量吸光度。

5.2.5.2 以锌的浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.2.6 结果计算

锌(Zn)的含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的锌质量的数值,单位为微克(μg);

m ——吸取试料溶液相当于试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位或三位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.2.7 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于表 2 所列允许差。

表 2 允许差

%

锌(Zn)含量	允许差
≤ 0.050	0.008
$> 0.050 \sim 0.100$	0.020
$> 0.10 \sim 0.30$	0.04



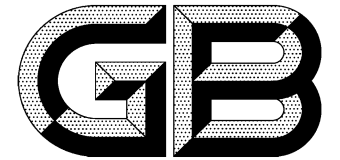
GB/T 2468-2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-32507

定价: 10.00 元



中华人民共和国国家标准

GB/T 2468—2008

代替 GB/T 2468.1—1996,GB/T 2468.3—1996

硫铁矿和硫精矿中锌含量的测定 火焰原子吸收光谱法和分光光度法

Pyrites and concentrate—Determination of zinc content—
Flame atomic absorption spectrometric and spectrophotometric methods

2008-05-14 发布

2008-10-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硫铁矿和硫精矿中锌含量的测定
火焰原子吸收光谱法和分光光度法
GB/T 2468—2008

*
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
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 9 千字
2008年8月第一版 2008年8月第一次印刷
*
书号:155066·1-32507 定价 10.00 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

5.2.2 试剂和溶液

- 5.2.2.1 盐酸。
- 5.2.2.2 硝酸。
- 5.2.2.3 氯化铵。
- 5.2.2.4 氨水。
- 5.2.2.5 甲基异丁基甲酮。
- 5.2.2.6 无水乙醇。
- 5.2.2.7 硫酸溶液:1+1。
- 5.2.2.8 硫酸溶液: $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol/L}$ 。
- 5.2.2.9 氨水溶液:1+1。
- 5.2.2.10 氟化钠饱和溶液(贮于塑料瓶中)。
- 5.2.2.11 二乙基二硫代氨基甲酸铜(铜试剂)溶液:10 g/L(用时配制)。
- 5.2.2.12 亚硝酸钠溶液:200 g/L。
- 5.2.2.13 硫氰酸铵溶液:1 mol/L。称取 30 g 硫氰酸铵溶于 500 mL 水中。
- 5.2.2.14 硫氰酸铵洗液:称取 4 g 氯化铵于塑料烧杯中,加 50 mL 水溶解后,加入 40 mL 硫氰酸铵溶液、5 mL 氟化钠饱和溶液,用水稀释至 300 mL,贮于塑料瓶中。
- 5.2.2.15 1-(2-吡啶偶氮)-2-苯酚(PAN)-甲基异丁基甲酮溶液:称取 0.5 g PAN 溶于 100 mL 甲基异丁基甲酮中。
- 5.2.2.16 锌标准溶液:500 $\mu\text{g/mL}$ 。称取 0.500 0 g 高纯金属锌,置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸溶液(1+1),加热溶解后,加 5 mL 硫酸溶液(5.2.2.8),加热蒸发至冒白烟,取下冷却。加少量水溶解盐类,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液含锌(Zn)量 500 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 5.2.2.17 锌标准溶液:10 $\mu\text{g/mL}$ 。吸取 20.0 mL 锌标准溶液(5.2.2.16)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液含锌(Zn)量 10 $\mu\text{g/mL}$ 。
- 5.2.2.18 对硝基酚指示液:0.5 g/L。称取 0.05 g 对硝基酚溶于 100 mL 无水乙醇中。

5.2.3 仪器

分光光度计:应符合 GB/T 9721 的规定。

5.2.4 分析步骤

- 5.2.4.1 称取 0.1 g~0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 150 mL 聚四氟乙烯烧杯中。加入 10 mL 盐酸,加热 3 min 后,加入 5 mL 硝酸,继续加热至微沸,待试样完全分解后,取下冷却,小心加入 3 mL 硫酸溶液(5.2.2.8),加热蒸发至冒白烟。
- 5.2.4.2 取下冷却,用水冲洗杯壁,体积约为 20 mL,加热煮沸,使可溶性盐类溶解,取下稍冷,用氨水溶液中和至出现氢氧化铁沉淀,再滴加硫酸溶液(5.2.2.7)至沉淀溶解,并过量三滴,将试液加热至近沸,加入 20 mL 氟化钠饱和溶液,煮沸,取下冷却。加入 0.5 g 氯化铵,搅拌溶解,加入 30 mL 氨水,10 mL 铜试剂溶液,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤。
- 5.2.4.3 吸取 5.0 mL~10.0 mL 滤液,置于 100 mL 烧杯中,加入 2 mL 亚硝酸钠溶液,二滴对硝基酚指示液,滴加硫酸溶液(5.2.2.7)中和至无色,冷却至室温,移入 60 mL 分液漏斗中,用氨水溶液中和至黄色出现,再用硫酸溶液(5.2.2.8)调至恰好无色。
- 5.2.4.4 加入 4.0 mL 硫氰酸铵溶液(5.2.2.13),摇匀,加入 16 mL 甲基异丁基甲酮,振荡 1 min,静置分层后弃去水相。向有机相中加入 10 mL 硫氰酸铵洗液(5.2.2.14),振荡 30 s,静置分层后弃去水相。再加入 10 mL 硫氰酸铵洗液洗涤有机相一次,静置分层后弃去水相。
- 5.2.4.5 将有机相移入盛有 4 mL 无水乙醇的 25 mL 容量瓶中,加入 0.1 mL 氨水,摇匀,加入 4 mL PAN-甲基异丁基甲酮溶液,用甲基异丁基甲酮稀释至刻度,摇匀。
- 5.2.4.6 30 min 后,用 0.5 cm 吸收池,于分光光度计波长 560 nm 处,以空白试验溶液作参比,测量吸

5.1.3 仪器

火焰原子吸收光谱仪：应符合 GB/T 9723 的规定。

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 称取 0.1 g~0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g)，置于 150 mL 烧杯中。以少量水润湿试样，加入 15 mL 盐酸，盖上表面皿，加热至微沸，保持数分钟，取下。加入 5 mL 硝酸，继续加热至沸，移去表面皿，蒸至湿盐状，取下，冷却。

5.1.4.2 加入 5 mL 盐酸溶液及少量水，加热溶解可溶性盐类，冷却，移入 100 mL 容量瓶中，稀释至刻度，摇匀后干过滤。

5.1.4.3 在火焰原子吸收光谱仪上，于波长 213.9 nm 处，用空气-乙炔火焰，以水调零，测量试料溶液和空白试验溶液的吸光度。用试料溶液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质量浓度的数值。

5.1.4.4 与试样测定同时做空白试验。

5.1.5 工作曲线的绘制

5.1.5.1 移取 0.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL 锌标准溶液(5.1.2.5)(相当于 0 μg、200 μg、400 μg、600 μg、800 μg、1 000 μg 锌)分别置于一组 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

5.1.5.2 在与试料溶液相同条件下测量锌标准系列溶液的吸光度，减去零浓度溶液的吸光度。以锌质量浓度为横坐标，相应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

5.1.6 结果计算

锌(Zn)的含量以质量分数 w_1 计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{\rho \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

ρ ——从工作曲线上查得的试料溶液中锌质量浓度的数值，单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

m ——试料质量的数值，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位或三位，取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.1.7 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差 %

锌(Zn)含量	允许差
≤ 0.050	0.008
$> 0.050 \sim 0.100$	0.015
$> 0.10 \sim 0.25$	0.03
$> 0.25 \sim 0.50$	0.05
$> 0.50 \sim 1.00$	0.08

注：本方法可以进行铜、铅、锌连测。

5.2 分光光度法

5.2.1 方法提要

试样用盐酸-硝酸溶解，以氟化钠、氨水、氯化铵及铜试剂沉淀，分离铁、铝、铜、镍等共存元素。在酸性介质中用甲基异丁基甲酮萃取锌的硫氰酸配离子，用 1-(2-吡啶偶氮)-2-苯酚(PAN)与锌离子形成橙红色配合物，于分光光度计波长 560 nm 处测量吸光度，以工作曲线法求出锌含量。

前 言

本标准代替 GB/T 2468.1—1996《硫铁矿和硫精矿中锌含量的测定 第 1 部分：火焰原子吸收光谱法》和 GB/T 2468.3—1996《硫铁矿和硫精矿中锌含量的测定 第 3 部分：PAN 分光光度法》，将这两项标准合并成一项标准，分为两个方法。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由化学工业化学矿标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中蓝连海设计研究院。

本标准主要起草人：王和平、张晓梅。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 2468.1—1996；

——GB/T 2468.3—1996。