



中华人民共和国国家标准

GB/T 3260.8—2013
代替 GB/T 3260.9—2000

锡化学分析方法 第 8 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of tin—
Part 8: Determination of zinc content—
Flame atomic absorption spectrometric method

2013-12-17 发布

2014-09-01 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

前 言

GB/T 3260《锡化学分析方法》分为 14 部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 3 部分：铋量的测定 碘化钾分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 5 部分：锑量的测定 孔雀绿分光光度法；
- 第 6 部分：砷量的测定 孔雀绿-砷钼杂多酸分光光度法；
- 第 7 部分：铝量的测定 电热原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 9 部分：硫量的测定 高频感应炉燃烧红外吸收法；
- 第 10 部分：镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：银量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：镍量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 13 部分：钴量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 14 部分：铜、铁、铋、铅、锑、砷、铝、锌、镉、镍、钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 3260 的第 8 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 3260.9—2000《锡化学分析方法 锌量的测定》。

本部分与 GB/T 3260.9—2000 相比，主要技术内容变化如下：

- 锌的质量分数为 0.000 20%~0.000 50% 的试样增加称样量至 2 g；
- 对文本格式进行了修改；
- 增加了重复性和再现性内容。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：云南锡业集团有限责任公司、广西华锡集团股份有限公司。

本部分起草单位：云南锡业集团有限责任公司、天津出入境检验检疫局。

本部分参加起草单位：广西高峰矿业有限公司、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人：陈树莲、苏爱萍、马德起、王虹、梁铭超、霍锡晓、梁闪坐、吴培丽、姜求韬、冯先进、王骏峰、石如祥、张红玲。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3260.8—1982、GB/T 3260.9—1982；
- GB/T 3260.9—2000。

锡化学分析方法

第8部分：锌量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 3260 的本部分规定了锡中锌量的火焰原子吸收光谱测定方法。
本部分适用于锡中锌量的测定。测定范围为 0.000 20%~0.005 0%。

2 方法提要

试料经盐酸、硝酸溶解完全后,在硫酸介质中,以盐酸-氢溴酸排除大量锡。在盐酸-硝酸混合酸介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处,测量锌的吸光度。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.4 氢溴酸(ρ 1.48 g/mL)。

3.5 硫酸(1+1)。

3.6 盐酸-氢溴酸混合酸:盐酸+氢溴酸(1+1)。

3.7 盐酸-硝酸混合酸:盐酸+硝酸(3+1),现用现配。

3.8 锌标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属锌($w_{\text{Zn}} \geq 99.99\%$)于 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 盐酸(1+1),加热溶解完全后,冷却,用水移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 20 mL 盐酸(3.1),以水稀释至刻度,混匀,移入塑料瓶中贮存,此溶液 1 mL 含 100 μg 锌。

3.9 锌标准溶液:移取 25.00 mL 锌标准贮存溶液(3.8)于 250 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀,移入塑料瓶中贮存。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。

——特征浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,锌的特征浓度应不大于 0.011 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

——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:将标准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