



中华人民共和国国家标准

GB/T 12689.5—2004
代替 GB/T 12689.3—1990
GB/T 12689.8—1990

锌及锌合金化学分析方法 铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法 和火焰原子吸收光谱法

The methods for chemical analysis of zinc and zinc alloys—
The determination of iron content—
The sultosalicylic acid spectrometric method and the
flame atomic absorption spectrometric method

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

前 言

本系列标准共有 12 部分,本部分为第 5 部分。

本部分采用两种化学分析方法测定锌及锌合金中的铁量。方法 1 是对 GB/T 12689.3—1990《锌及锌合金化学分析方法 磺基水杨酸分光光度法测定铁量》的修订,是修改采用 ISO 714:1975(1)《锌-铁含量的测定-光度法》,只对文本格式进行了修改。方法 2 是对 GB/T 12689.8—1990《锌及锌合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铁量》的修订。

本部分与 GB/T 12689.3—1990 和 GB/T 12689.8—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、质量保证和控制条款;

——方法 1 测定范围由 0.001%~0.01%修改为 0.001 0%~0.100%;在显色溶液中,当铜含量大于 100 μg 时,采用了乙酸异戊酯和甲基异丁基酮混合萃取剂分离消除铜的干扰。

——方法 2 测定范围由 0.01%~0.3%修改为 0.100%~0.300%。

本部分代替 GB/T 12689.3—1990 和 GB/T 12689.8—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。

本部分葫芦岛有色集团公司负责起草。

本部分方法 1 由水口山有色金属公司起草。

本部分方法 1 由株洲冶炼集团公司、葫芦岛有色集团公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司韶关冶炼厂参加起草。

本部分方法 1 主要起草人:匡海燕、姚小红、李泳枚、周跃先。

本部分方法 1 主要验证人:刘熠、赵丹、刘莹晶。

本部分方法 2 由葫芦岛有色集团公司起草。

本部分方法 2 主要起草人:周伟、李遵义、周以华。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本部分所代替的历次版本发布情况为:

——GB 473—1976;

——GB/T 12689.3—1990。

——GB/T 12689.8—1990。

锌及锌合金化学分析方法

铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法和火焰原子吸收光谱法

方法 1 磺基水杨酸分光光度法

1 范围

本部分规定了锌及锌合金中铁含量的测定方法。

本部分适用于锌及锌合金中铁含量的测定。测定范围：0.001 0%~0.100%。

2 方法原理

试料用盐酸和过氧化氢溶解。在氨性溶液中，铁与磺基水杨酸形成黄色络合物，于分光光度计波长 430 nm 处测量铁的吸光度。

当显色溶液中铜含量 > 100 μg 时，在 6 mol/L~7 mol/L 盐酸介质中，用乙酸异戊酯和甲基异丁基酮混合萃取剂萃取铁与铜分离，再用水反萃取铁，消除其干扰。

3 试剂

3.1 市售试剂

- 3.1.1 磺基水杨酸。
- 3.1.2 盐酸(ρ1.19 g/mL)，优级纯。
- 3.1.3 氨水(ρ0.9 g/mL)，优级纯。
- 3.1.4 过氧化氢(30%)。
- 3.1.5 乙酸异戊酯。
- 3.1.6 甲基异丁基酮。

3.2 溶液

- 3.2.1 磺基水杨酸溶液(200 g/L)。
- 3.2.2 盐酸(1+1)。
- 3.2.3 乙酸异戊酯和甲基异丁基酮混合萃取剂(1+1)。

3.3 标准溶液

- 3.3.1 铁标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 铁丝(≥99.9%)，加入 20 mL 盐酸(3.1.2)，加热溶解，取下冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铁。
- 3.3.2 铁标准溶液：移取 25.00 mL 铁标准贮存溶液(3.3.1)置于 250 mL 容量瓶中，用盐酸(3.2.2)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 铁。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

铁含量(质量分数)/%	试料/g	定容体积/mL	分取体积/mL
0.001 0~0.010	1.000	—	全量
>0.010~0.100	1.000	100	10.00

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 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(3.2.2)和数滴过氧化氢(3.1.4),加热至溶解完全,冷却。

5.3.2 当铁 \leq 0.010%时,将试液移入 50 mL 比色管中,以下按 5.3.5 进行。

5.3.3 当铁 $>$ 0.010%~0.100%时,将试液移入 100 mL 容量瓶中,用盐酸(3.2.2)稀释至刻度,混匀,按表 1 分取于 50 mL 比色管中,以下按 5.3.5 进行。

5.3.4 当显色溶液中的铜含量 $>$ 100 μ g 时,将 5.3.2~5.3.3 试液移入 125 mL 分液漏斗中,以盐酸(3.2.2)洗涤烧杯并稀释至体积 20 mL 左右,加入 20.0 mL 乙酸异戊酯和甲基异丁基酮混合萃取剂(3.2.3),振荡 1 min,静置分层后,弃去水相,加入 10 mL 盐酸(3.2.2),轻轻摇动 50 次,静置分层后,弃去水相,再加水 10 mL,振荡 1 min,静置分层后,水相置于 50 mL 比色管中,再向有机相中加 10 mL 水,振荡 30 s,静置分层后,水相合并于 50 mL 比色管中,以下按 5.3.5 进行。

5.3.5 加 5 mL 磺基水杨酸溶液(3.2.1),加入氨水(3.1.3)至溶液出现黄色并过量 5 mL,以水稀释至刻度,混匀。

5.3.6 将部分溶液移入 2 cm~3 cm 吸收池中,以试剂空白溶液为参比,于分光光度计波长 430 nm,测量其吸光度。

5.3.7 减去试料空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铁量。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0.1,0.0,2.0,4.0,6.0,8.0,10.0 mL 铁标准溶液(3.3.2)于一组 50 mL 比色管中,该标准溶液对应的铁量为 0,10.0,20.0,40.0,60.0,80.0,100.0 μ g。加水至体积 20 mL 左右,以下按 5.3.5~5.3.6 进行。

5.4.2 减去试剂空白溶液的吸光度,以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按式(1)计算铁含量 $w(\text{Fe})$:

$$w(\text{Fe})(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^6}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的铁量,单位为微克(μ g);

V_0 ——试液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至三位小数,若铁含量小于 0.010%时表示至四位小数。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%,重复性限(r)按表2数据采用线性内插法求得:

表 2

$w(\text{Fe})/\%$	0.001 2	0.006 5	0.021	0.064	0.100
$r/\%$	0.000 3	0.000 8	0.002	0.006	0.010

7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过5%,再现性限(R)按表3数据采用线性内插法求得:

表 3

$w(\text{Fe})/\%$	0.001 2	0.006 5	0.021	0.064	0.100
$R/\%$	0.000 4	0.001 0	0.003	0.007	0.012

注:重复性(r)为 $2.8S_r$, S_r 为重复性标准差。

再现性(R)为 $2.8S_R$, S_R 为再现性标准差。

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

方法 2 火焰原子吸收光谱法

9 范围

本部分规定了锌及锌合金中铁含量的测定方法。

本部分适用于锌及锌合金中铁含量的测定。测定范围: $>0.100\% \sim 0.300\%$ 。

10 方法原理

试样用盐酸、过氧化氢溶解。在稀盐酸介质中,于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处,用空气-乙炔火焰测量铁的吸光度。

11 试剂

11.1 市售试剂

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

11.1.2 过氧化氢(30%)。

11.2 溶液

11.2.1 盐酸(1+5)。

11.2.2 盐酸(1+1)。

11.3 标准溶液

铁标准溶液:称取 0.100 0 g 金属铁($\geq 99.99\%$),加入 50 mL 盐酸(11.2.2),低温加热溶解完全后,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 30 mL 盐酸(11.1.1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含

100 μg 铁。

12 仪器

原子吸收光谱仪,附铁空心阴极灯。

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:在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中,铁的特征浓度应不大于 0.1 μg/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”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成五段,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 0.7。
- 原子吸收光谱仪参考工作条件:波长 248.3 nm;灯电流 2.0 mA;贫燃火焰,在原子化区测定。

13 分析步骤

13.1 试料

称取 2.000 g 试样(预先用磁铁吸除机械混入的铁屑),精确至 0.000 1 g。

13.2 空白试验

随同试料做空白试验。

13.3 测定

13.3.1 将试料(13.1)置于 100 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(11.2.2),滴加 1 mL~2 mL 过氧化氢(11.1.2),低温加热至溶解完全,煮沸片刻,冷却,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

13.3.2 分取 10.00 mL(13.3.1)试液于 100 mL 容量瓶中,补加盐酸(11.2.1)10 mL,用水稀释至刻度,混匀。

13.3.3 使用空气—乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处,以水调零测量试液的吸光度,减去试料空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应铁量。

13.4 工作曲线的绘制

13.4.1 移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 铁标准溶液(11.3)于一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸(11.2.1),用水稀释至刻度,混匀。该标准溶液对应的铁的浓度为 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 μg/mL。

13.4.2 在与试料溶液测定相同条件下测量标准溶液的吸光度,减去标准系列中“零”浓度溶液的吸光度,用铁浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

14 分析结果的计算

按式(2)计算铁含量 w(Fe):

$$w(\text{Fe})(\%) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c——自工作曲线上查得的铁浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V₀——试液的体积,单位为毫升(mL);

V₁——分取试液体积,单位为毫升(mL);

V₂——测定试液体积,单位为毫升(mL);

m₀——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至三位小数。

15 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4

%

$w(\text{Fe})$	允许差
0.100~0.300	0.015

16 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当两者没有时,也可用控制标样替代),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。

美析仪
MACY
MACY INSTRUMENTS
业光度计系列生产厂
//www.macylab.com TEL:400-616-