



中华人民共和国国家标准

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

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

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 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。

锌及锌合金化学分析方法

砷量的测定 原子荧光光谱法

1 范围

本部分规定了锌及锌合金中砷含量的测定方法。

本部分适用于锌及锌合金中砷含量的测定。测定范围:0.0010%~0.050%。

2 方法原理

试料用硝酸溶解,以抗坏血酸进行预还原,以硫脲掩蔽铜,在氢化物发生器中,砷被硼氢化钾还原为氢化物,用氩气导入石英炉原子化器中,于原子荧光光谱仪上测量砷的荧光强度。

3 试剂及材料

3.1 市售试剂

3.1.1 氢氧化钾。

3.1.2 硼氢化钾。

3.1.3 酒石酸。

3.1.4 硫脲。

3.1.5 抗坏血酸。

3.1.6 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 溶液

3.2.1 盐酸(1+1)。

3.2.2 盐酸(1+9)。

3.2.3 硝酸(1+1)。

3.2.4 氢氧化钾溶液(100 g/L)。

3.2.5 硫脲—抗坏血酸溶液:称取硫脲(3.1.4)、抗坏血酸(3.1.5)各 25 g 溶解于 500 mL 水中。用时现配。

3.2.6 硼氢化钾溶液:称取 10 g 硼氢化钾(3.1.2)溶解于 500 mL 氢氧化钾溶液(3.2.4)中,过滤备用,用时现配。

3.3 标准溶液

3.3.1 砷标准贮存溶液:准确称取 0.132 0 g 三氧化二砷(>99.95%)于 300 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 20 mL 氢氧化钾溶液(3.2.4),加热溶解完全,用盐酸中和至微酸性,稍冷,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 μ g 砷。

3.3.2 砷标准溶液:移取 5.00 mL 砷标准贮存溶液(3.3.1)于 500 mL 容量瓶中,加入 75 mL 盐酸(3.1.6),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 μ g 砷。

3.4 材料

氩气(\geq 99.99%):屏蔽气和载气。

4 仪器

原子荧光光谱仪,附砷特种空心阴极灯。