



中华人民共和国国家标准

GB/T 23368.2—2009

偏钨酸铵化学分析方法 第2部分：锌量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of ammonium metatungstate—
Part 2: Determination of zinc content—
Flame atomic absorption spectrometry

2009-03-19 发布

2010-01-01 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

偏钨酸铵化学分析方法

第2部分：锌量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 23368的本部分规定了偏钨酸铵中锌量的测定方法。
本部分适用于偏钨酸铵中锌量的测定,测定范围为0.000 3%~0.020%。

2 方法提要

试料经氨水分解后,以柠檬酸络合钨,于原子吸收光谱仪213.9 nm处用标准加入法测定锌量。

3 试剂

- 3.1 氨水(ρ 0.90 g/mL),优级纯。
- 3.2 柠檬酸溶液(500 g/L)。
- 3.3 盐酸(1+1)。
- 3.4 盐酸(1+19)。
- 3.5 锌标准贮存溶液:称取0.100 0 g金属锌[$w(\text{Zn}) \geq 99.99\%$]于250 mL烧杯中,加入20 mL盐酸(3.3)低温加热溶解,取下冷却。移入1 000 mL容量瓶中,以盐酸(3.4)稀释至刻度,混匀。此溶液1 mL含100 μg 锌。
- 3.6 锌标准溶液:移取10.00 mL锌标准贮存溶液(3.5)置于100 mL容量瓶中,用盐酸(3.4)稀释至刻度,混匀。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:在与测量溶液基体相一致的溶液中,锌的特征浓度应不大于0.004 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$;
- 精密性: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1.5%;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。

5 试样

偏钨酸铵样品无需经过特殊处理,可直接用于分析。

6 分析步骤

6.1 试料

按表1称取试样,精确到0.000 1 g。

表 1

锌的质量分数/%	试料量/g
0.000 3~0.001 5	1.00
>0.001 5~0.003 0	0.50
>0.003 0~0.008 0	0.20
>0.008 0~0.020	0.10

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 称取四份试料(6.1),将试料置于四个 150 mL 烧杯中,用水润湿,加入 2.0 mL 氨水(3.1),2.0 mL 柠檬酸溶液(3.2),20 mL 水,低温加热至试料溶解完全,取下烧杯,用水吹洗杯壁,冷却,移入 50 mL 容量瓶中,分别加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 锌标准溶液(3.6),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 使用空气-乙炔火焰,在原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处,以水调零测量试液(6.4.1)的吸光度。以锌浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线,用外推法从工作曲线上查得被测溶液的锌浓度。

7 分析结果的计算

锌含量以锌的质量分数 $w(\text{Zn})$ 计,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

$$w(\text{Zn}) = \frac{(\rho_1 - \rho_0)V}{m \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_1 ——从工作曲线上查得试料溶液的锌浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

ρ_0 ——从工作曲线上查得随同试料所做空白的锌浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$);

V ——试液总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 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

锌的质量分数/%	0.001 3	0.006 2	0.016 0
重复性限(r)/%	0.000 1	0.000 3	0.000 5

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表 3 所列允许差。

表 3

锌的质量分数/%	允许差/%
0.000 3~0.001 5	0.000 2
>0.001 5~0.002 5	0.000 4
>0.002 5~0.004 0	0.000 7
>0.004 0~0.008 0	0.001 0
>0.008 0~0.020	0.002 0

9 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,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。
