



# 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 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 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( $\rho$ 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 $\mu$ 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  $\mu$ 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。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标者均可使用:

- 检出限:不大于  $1 \times 10^3$  g/mL。
- 精密性:用  $0.1 \mu\text{g/mL}$  的砷标准溶液测量荧光强度 10 次,其标准偏差应不超过平均荧光强度的 5.0%。
- 原子荧光光谱仪的参考工作条件:
  - 灯电流 80 mA;
  - 负高压 260 V;
  - 载气流量 400 mL/min;
  - 屏蔽气流量 800 mL/min。

## 5 分析步骤

### 5.1 试料

称取 1.000 g 试样,精确至 0.000 1 g。

### 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 100 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 10 mL 硝酸(3.2.3),低温溶解完全,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 按表 1 分取试液于相应的容量瓶中,按表 1 加入盐酸(3.1.6)和硫脲—抗坏血酸溶液(3.2.5),用水稀释至刻度,混匀。室温放置 25 min。

表 1

砷含量(质量分数)/%	分取试液体积/mL	加入盐酸(3.1.6)量/mL	加入硫脲—抗坏血酸(3.2.5)量/mL	定容体积/mL
0.0010~0.010	10.0	10	10	100
>0.010~0.020	10.0	20	20	200
>0.020~0.050	5.0	20	20	200

5.3.3 在原子荧光光谱仪上,以盐酸(3.2.2)为载流剂,硼氢化钾溶液(3.2.6)为还原剂,以砷特种空心阴极灯为激发光源,测量试料溶液砷的荧光强度,减去试料空白溶液的荧光强度,从工作曲线上查出砷的浓度。

### 5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0.2.00、4.00、6.00、8.00、10.00、12.00、14.00 mL 砷标准溶液(3.3.2)于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 盐酸(3.1.6)和 10 mL 硫脲—抗坏血酸溶液(3.2.5),用水稀释至刻度,混匀,放置 25 min。该标准溶液对应的砷的浓度为 0、0.020、0.040、0.060、0.080、0.100、0.120、0.140  $\mu\text{g/mL}$ 。

5.4.2 在与试料测定相同条件下测量标准溶液的荧光强度,减去试剂空白溶液的荧光强度。以砷浓度为横坐标,荧光强度值为纵坐标,绘制工作曲线。

## 6 分析结果的计算

按下式计算砷含量  $w(\text{As})$ :

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

式中:

- $c$ ——自工作曲线上查得砷的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );  
 $V_0$ ——试液总体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );  
 $V_1$ ——分取试液体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );  
 $V_2$ ——测定试液体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );  
 $m_0$ ——试料的质量,单位为克( $\text{g}$ )。

所得结果表示至三位小数;当砷含量小于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

$w(\text{As})/\%$	0.0011	0.0043	0.0066	0.050
$r/\%$	0.0003	0.0005	0.0008	0.002

### 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

$w(\text{As})/\%$	0.0011	0.0043	0.0066	0.050
$R/\%$	0.0004	0.0006	0.0010	0.003

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

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