

金矿石化学分析方法

第6部分：锌量的测定

1 范围

本部分规定了金矿石中锌含量的测定方法。

本部分适用于金矿石中锌含量的测定。测定范围：0.01%~1.00%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸、高氯酸和氢氟酸溶解。在稀盐酸介质中，于原子吸收光谱仪波长 213.9 nm 处，以空气-乙炔火焰，测量锌的吸光度。

3 试剂

3.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.4 氢氟酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 锌标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 金属锌(Zn 的质量分数 \geq 99.99%)于 250 mL 烧杯中，加 20 mL 硝酸，盖上表面皿，加热至完全溶解，煮沸除去氮的氧化物，冷至室温。移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 锌。

3.7 锌标准溶液：移取 10 mL 锌标准贮存溶液(3.6)于 250 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 20 μ g 锌。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附锌空心阴极灯。

在仪器最佳条件下，凡能达到下列指标的原子吸收光谱仪均可使用。

灵敏度：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 0.007 7 μ g/mL。

精密度：用最高浓度的标准溶液测量 11 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 11 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 0.8。

5 试样

5.1 样品粒度应不大于 0.074 mm。

5.2 样品在 100℃~105℃烘箱中烘 1 h 后，置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.20 g 试样，精确至 0.000 1 g。

独立进行两次测定，取其平均值。

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于200 mL烧杯中,用少量水润湿,加入15 mL盐酸(3.1),置于电热板上加热数分钟,取下稍冷。加入5 mL硝酸(3.2)、2 mL~3 mL高氯酸(3.3)(试样含硅高时,加入5 mL氢氟酸(3.4),用聚四氟乙烯塑料烧杯溶解试料),蒸至近干,取下冷却,加入10 mL盐酸(3.5),煮沸溶解盐类,取下冷至室温。将溶液移入100 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀,静置。

6.3.2 按表1分取试液(6.3.1)并补加盐酸(3.5)于容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

表 1

锌质量分数/%	试液分取量/mL	补加盐酸(3.5)量/mL	容量瓶体积/mL
0.010~0.050	—	—	—
>0.05~0.20	25.00	7.5	100
>0.20~0.50	10.00	9.0	100
>0.50~1.00	5.00	9.5	100

6.3.3 于原子吸收光谱仪波长213.9 nm处,使用空气-乙炔火焰,以水调零,测量锌的吸光度,减去随同试料的空白溶液吸光度,从工作曲线上查出相应的锌浓度。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL锌标准溶液(3.7)分别于一组100 mL容量瓶中,加入10 mL盐酸(3.5),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 在与试料测定相同条件下测量标准溶液吸光度。以锌浓度为横坐标,吸光度(减去“零”浓度溶液吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

7 结果计算

按式(1)计算锌的质量分数:

$$w(\text{Zn}) = \frac{c \cdot V_0 \cdot V_2 \times 10^{-5}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $w(\text{Zn})$ ——锌的质量分数,用%表示;
- c ——自工作曲线上查得的锌浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V_0 ——试液的总体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL);
- V_2 ——分取试液稀释后的体积,单位为毫升(mL);
- m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

所得结果表示至两位小数,若质量分数小于0.10%时,表示至三位小数。

8 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

单位为%

锌质量分数	允 许 差
0.010~0.050	0.01
>0.050~0.10	0.03
>0.10~0.20	0.05
>0.20~0.50	0.06
>0.50~1.00	0.08
