

# FCLYSZn0125 氧化锌 铁含量的测定 火焰原子吸收光谱法

## F\_CL\_YS\_Zn\_0125

### 氧化锌 铁含量的测定 火焰原子吸收光谱法

#### 1 范围

本方法适用于氧化锌中铁含量的测定。

本方法适用于氧化锌中为质量分数为 0.01% ~ 0.3% 铁含量的测定。

#### 2 原理

试料以盐酸、过氧化氢分解。在稀盐酸介质中,于原子吸收分光光度计波长 248.3nm 处,用空气-乙炔火焰测量铁的吸光度。

#### 3 试剂

3.1 盐酸  $\rho$ 约 1.19g/mL, 优级纯。

3.2 盐酸, 1+1。

3.3 盐酸, 1+5。

3.4 过氧化氢, 30%。

3.5 铁标准溶液

称取 0.1000g 金属铁 (99.99%) 或 0.1429g 氧化铁 (99.9%, 预先于 500 °C 灼烧 30min, 并于干燥器中冷却), 加入 50mL 盐酸 (1+1), 低温加热溶解。冷却, 移入 1000mL 容量瓶中, 加入 30mL 盐酸 (1.19g/mL), 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1mL 含 100 $\mu$ g 铁。

#### 4 仪器

原子吸收分光光度计, 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:

灵敏度: 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  $\mu$ g/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。

#### 5 操作步骤

##### 5.1 试料量

按表 1 称取试料 (预先用磁铁吸除机械混入的铁屑), 精确至 0.0001g。

表 1

铁含量/%	试料量/g	试液总体积/mL	稀释前补加盐酸 (1+5) 体积/mL
> 0.010 ~ 0.040	1	100	
> 0.040 ~ 0.180	0.5	200	10

> 0.180 ~ 0.300	0.25	200	10
-----------------	------	-----	----

## 5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

## 5.3 测定

5.3.1 将试料置于 100mL 烧杯中，加 10mL 盐酸 (1+1)，滴加 1~2mL 过氧化氢 (30%)，低温加热至溶解完全，煮沸片刻，冷却，按表 1 移入容量瓶中，并以水稀释至刻度，混匀。

5.3.2 使用空气-乙炔火焰，于原子吸收分光光度计波长 248.3nm 处，与标准溶液系列同时，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浓度。

## 5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00mL 铁标准溶液 (100 $\mu$ g/mL) 于一组 100mL 容量瓶中，加 10mL 盐酸 (1+5)，以水稀释至刻度，混匀。

5.4.2 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，以铁浓度为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## 6 分析结果计算

按下式计算铁的含量，以质量分数表示：

$$w_{Fe} = \frac{c \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中： $w_{Fe}$  - 铁的质量分数，%；

$c$  自工作曲线上查得的铁浓度， $\mu$ g/mL；

$V$  试液的体积，mL；

$m$  试料的质量，g。

## 7 精密度

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2 %

铁的质量分数	允许差
> 0.0100 ~ 0.0350	0.0025
> 0.035 ~ 0.100	0.006
> 0.100 ~ 0.300	0.015

## 8 参考文献

[1] 北京有色金属研究总院测试所企标

[2] 有色金属工业分析丛书 重金属冶金分析[M]，1994 年，冶金工业出版社。