



中华人民共和国国家标准

GB/T 4372.1 ~ 4372.6—2001

直接法氧化锌化学分析方法

Methods for chemical analysis of zinc oxide
produced by direct process

2001-07-10 发布 2001-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

目 次

GB/T 4372. 1—2001	直接法氧化锌化学分析方法	Na ₂ EDTA 滴定法测定氧化锌量	1
GB/T 4372. 2—2001	直接法氧化锌化学分析方法	原子吸收光谱法测定氧化铅量	5
GB/T 4372. 3—2001	直接法氧化锌化学分析方法	原子吸收光谱法测定氧化铜量	9
GB/T 4372. 4—2001	直接法氧化锌化学分析方法	原子吸收光谱法测定氧化镉量	13
GB/T 4372. 5—2001	直接法氧化锌化学分析方法	原子吸收光谱法测定锰量	17
GB/T 4372. 6—2001	直接法氧化锌化学分析方法	金属锌的检验	22

前 言

本标准是对 GB/T 4372.1—1984《氧化锌(直接法)化学分析方法 亚铁氰化钾容量法测定氧化锌量》的修订。修订的主要内容是采用 Na_2EDTA 滴定法测定氧化锌量,并用联合掩蔽的方法解决了铅、镉对滴定的干扰。

本标准遵守:

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起,同时代替 GB/T 4372.1—1984。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由水口山矿务局负责起草。

本标准主要起草人:曾光明、鲍丙辉、凌宗干、凌少月。

本标准委托全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

直接法氧化锌化学分析方法
Na₂ EDTA 滴定法测定氧化锌量

GB/T 4372.1—2001

Methods for chemical analysis of zinc
oxide produced by direct process
—Determination of zinc oxide content
—Na₂ EDTA titration method

代替 GB/T 4372.1—1984

1 范围

本标准规定了直接法氧化锌中氧化锌含量的测定方法。

本标准适用于直接法氧化锌中氧化锌含量的测定。测定范围： $\geq 98.0\%$ 。

2 方法提要

试料用稀硫酸溶解，在 pH 5~6 的六次甲基胺-硫酸缓冲溶液中，加入碘化钾掩蔽镉，加入亚硫酸钠掩蔽铅，以二甲酚橙为指示剂，用 Na₂ EDTA 标准溶液滴定至亮黄色为终点。

3 试剂

3.1 抗坏血酸。

3.2 基准氧化锌。

3.3 硫酸(1+3)。

3.4 氨水(1+1)。

3.5 六次甲基胺-硫酸缓冲溶液(pH 5~6)：称取 300 g 六次甲基胺于 2 000 mL 烧杯中，加 950 mL 水溶解(若溶液有红色，用棉花过滤)，再加 50 mL 硫酸(1+1)，混匀。

3.6 亚硫酸钠溶液：称取 30 g 无水亚硫酸钠溶于 200 mL 水中，加入 50 mL 亚硫酸，控制 pH 6 左右(当天有效)。

3.7 碘化钾溶液(200 g/L)：称取 20 g 碘化钾溶于 100 mL 水中，加少许抗坏血酸至黄色褪尽。

3.8 甲基红溶液(1.0 g/L)。

3.9 二甲酚橙溶液(2 g/L)。

3.10 乙二胺四乙酸二钠标准溶液(0.06 mol/L)

3.10.1 配制：称取 228.7 g 乙二胺四乙酸二钠，加水微热溶解，冷至室温，移入 10 000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，充分混匀。放置三天后标定。

3.10.2 标定：称取 0.500 00 g(准至 0.02 mg)的基准氧化锌(3.2)三份(用前于瓷皿中在 800℃灼烧 2 h~3 h)于 300 mL 烧杯中，按分析步骤 6.3 进行标定。取平均值，差值不符合要求应重新标定。

同时作空白试验。

按式(1)计算乙二胺四乙酸二钠标准溶液(3.10)的实际浓度：

$$c = \frac{m}{(V - V_0) \times 0.081\ 37} \dots\dots\dots (1)$$

式中： c ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液(3.10)的实际浓度, mol/L；

m ——基准氧化锌的质量, g；

V ——标定时消耗 Na_2EDTA (3.10)标准溶液的体积, mL；

V_0 ——标定时滴定空白试验溶液消耗 Na_2EDTA (3.10)标准溶液的体积, mL；

0.081 37——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准溶液 [$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 1.000\text{ mol/L}$] 相当的氧化锌的摩尔质量, g/mol。

取三次标定结果的平均值为乙二胺四乙酸二钠标准溶液(3.10)的实际浓度, 平行标定所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准溶液体积的极差值应不超过 0.10 mL。否则重新标定。

4 仪器

4.1 微量分析天平 感量为 0.01 mg。

4.2 胖肚滴定管 100.00 mL, 97.00 mL~100.00 mL(刻度值为 0.02 mL)。

4.3 电磁搅拌器(附转子)。

5 试样

试样预先在 105℃~110℃ 烘干 2 h, 置于干燥器中冷至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

称取 0.500 00 g 试样, 精确至 0.000 01 g。

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 300 mL 烧杯中, 以水润湿, 加 10 mL 硫酸(3.3), 盖皿, 微热至完全溶解。取下稍冷, 以水洗表皿及杯壁。

6.3.2 加入 1 滴甲基红(3.8), 以氨水(3.4)中和至黄色, 再用硫酸(3.3)中和至红色, 以水洗杯壁。

6.3.3 加入 20 mL 六次甲基四胺-硫酸缓冲溶液(3.5), 加入 12.5 mL 亚硫酸钠溶液(3.6), 加入 20 mL 碘化钾溶液(3.7), 加入 0.1 g 抗坏血酸(3.1), 加 2 滴~3 滴二甲酚橙指示剂(3.9), 加一枚搅拌子, 在电磁搅拌器上不断搅拌, 用乙二胺四乙酸二钠标准溶液进行滴定, 当标准溶液滴至微量刻度部分时缓慢加入, 至亮黄色为终点。

7 分析结果的表述

按式(2)计算氧化锌的质量分数：

$$\omega(\text{ZnO}) = \frac{c \cdot (V_1 - V_0) \times 0.081\ 37}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中： c —— Na_2EDTA 标准溶液(3.10)的实际浓度, g/L；

V_1 ——滴定试液时消耗 Na_2EDTA (3.10)标准溶液的体积, mL；

V_0 ——空白试验消耗 Na_2EDTA (3.10)标准溶液的体积, mL；

m ——试料的质量, g；

0.081 37——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准溶液 [$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 1.000\text{ mol/L}$] 相当的氧化锌的摩尔质量, g/mol。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 %

氧化锌的质量分数	允许差
≥ 98.0	0.20

前 言

本标准是对 GB/T 4372.2—1984《氧化锌(直接法)化学分析方法 磷酸底液极谱法测定氧化铅与氧化镉量》的修订。修订的主要内容是采用原子吸收光谱法测定氧化铅量。

本标准遵守：

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起,同时代替 GB/T 4372.2—1984。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由水口山矿务局负责起草。

本标准主要起草人:匡海燕、姚晓红、毛艳玲、谭平生。

本标准委托全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

直接法氧化锌化学分析方法
原子吸收光谱法测定氧化铅量

GB/T 4372.2—2001

Methods for chemical analysis of zinc
oxide produced by direct process
—Determination of lead oxide content
—Atomic absorption spectrometry method

代替 GB/T 4372.2—1984

1 范围

本标准规定了直接法氧化锌中氧化铅含量的测定方法。
本标准适用于直接法氧化锌中氧化铅含量的测定。测定范围:0.01%~1.0%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解,在稀硝酸(5+95)介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处测量铅的吸光度,以标准曲线法计算氧化铅的含量。

3 试剂

- 3.1 硝酸(1+1)。
- 3.2 铅标准溶液:称取 0.100 0 g 高纯铅于 300 mL 的烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.1),微热溶解,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水洗烧杯合并于容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铅。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铅空心阴极灯。
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:在与测量样品溶液基体相一致的溶液中,铅的特征浓度应不大于 0.3 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

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。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

氧化铅的质量分数, %	试料量, g	分取试液体积, mL
0.01~0.05	0.500 0	全量
>0.05~0.10	0.200 0	全量
>0.10~0.50	0.200 0	10.0
>0.50~1.00	0.200 0	5.0

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 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(3.1),盖上表皿,置于电热板上微热溶解,溶解完全后,取下冷却,用水吹洗表皿及杯壁,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 按表 1 分取试液移入 50 mL 容量瓶中,加 5 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。

5.3.3 用空气-乙炔火焰于原子吸收光谱仪波长 283.3 nm 处,以水调零,测量溶液吸光度。所测吸光度减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铅浓度。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取 0,1.00,2.00,3.00,4.00,5.00 mL 铅标准溶液(3.2),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 与测定试料溶液相同条件下,测量系列标准溶液的吸光度。以铅浓度为横坐标,吸光度(减去零浓度溶液的吸光度)为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算氧化铅的质量分数:

$$w(\text{PbO}) = \frac{c \cdot V_2 \cdot V_0 \times 10^{-6} \times 1.077\ 2}{m \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: $w(\text{PbO})$ ——氧化铅的质量分数, %;

c ——自工作曲线上查得的铅浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V_0 ——试料溶液的总体积, mL;

V_1 ——分取试液的体积, mL;

V_2 ——分取试液稀释后的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

1.077 2——铅换算成氧化铅的系数。

7 允许差

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

氧化铅的质量分数	允许差
0.010~0.050	0.008
>0.050~0.100	0.012
>0.100~0.500	0.015
>0.500~1.000	0.050

%

附 录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

使用 GGX-5 型原子吸收光谱仪的参考工作条件如表 A1：
表 A1

波长,nm	灯电流,mA	单色器通带,nm	空气流量,L/min	乙炔流量,L/min
283.3	3	0.2	5.0	1.3

前 言

本标准是对 GB/T 4372.3—1984《氧化锌(直接法)化学分析方法 双环己酮草酰二脲光度法测定氧化铜量》的修订。修订的主要内容是采用原子吸收光谱法测定氧化铜量。

本标准遵守：

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起,同时代替 GB/T 4372.3—1984。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由水口山矿务局负责起草。

本标准主要起草人:匡海燕、姚晓红、毛艳玲、谭平生。

本标准委托全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

直接法氧化锌化学分析方法
原子吸收光谱法测定氧化铜量

GB/T 4372.3—2001

Methods for chemical analysis of zinc
oxide produced by direct process
—Determination of copper oxide content
—Atomic absorption spectrometry method

代替 GB/T 4372.3—1984

1 范围

本标准规定了直接法氧化锌中氧化铜含量的测定方法。
本标准适用于直接法氧化锌中氧化铜含量的测定。测定范围：0.000 5%~0.010%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解，在稀硝酸(5+95)介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 324.8 nm 处测量铜的吸光度，以标准曲线法计算氧化铜的含量。

3 试剂

- 3.1 硝酸(1+1)。
- 3.2 铜标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 纯铜(99.99%)于 300 mL 烧杯中，加入 10 mL 硝酸(3.1)，低温加热溶解，煮沸驱除氮的氧化物，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 铜。
- 3.3 铜标准溶液：移取 10.00 mL 铜标准贮存溶液(3.2)于 100 mL 容量瓶中，加 5 mL 硝酸(3.1)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 铜。

4 仪器

原子吸收光谱仪，附铜空心阴极灯。
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：在与测量样品溶液基体相一致的溶液中，铜的特征浓度应不大于 0.035 μ 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。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

氧化铜的质量分数, %	试料量, g	测定体积, mL
0.000 5~0.001	2.000 0	50
>0.001~0.005	1.000 0	50
>0.005~0.010	0.500 0	50

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 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(3.1),盖上表皿,置于电热板上微热溶解,溶解完全后,取下冷却,用水吹洗表皿及杯壁,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 使用空气-乙炔火焰于原子吸收光谱仪波长 324.8 nm 处,以水调零,测量试液的吸光度。所测吸光度减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铜浓度。

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 mL 铜标准溶液(3.3),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 与测定试料溶液相同条件下,测量系列标准溶液吸光度。以铜浓度为横坐标,吸光度(减去零浓度溶液的吸光度)为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算氧化铜的质量分数:

$$w(\text{CuO}) = \frac{c \cdot V \times 10^{-6} \times 1.251\,8}{m} \times 100 \qquad \dots\dots\dots (1)$$

式中: $w(\text{CuO})$ ——氧化铜的质量分数, %;
 c ——自工作曲线上查得的铜浓度, $\mu\text{g/mL}$;
 V ——测定溶液的体积, mL;
 m ——试料的质量, g;
1.251 8——铜换算成氧化铜的系数。

7 允许差

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

%

氧化铜的质量分数	允许差
0.000 5~0.001 0	0.000 2
>0.001 0~0.003 0	0.000 4
>0.003 0~0.006 0	0.000 7
>0.006 0~0.010 0	0.001 0
>0.010 0~0.030 0	0.001 5
>0.030 0~0.050 0	0.002 0

附 录 A
(提示的附录)
仪器工作条件

使用 GGX-5 型原子吸收光谱仪的参考工作条件如表 A1：
表 A1

波长,nm	灯电流,mA	单色器通带,nm	空气流量,L/min	乙炔流量,L/min
324.8	2	0.2	5.0	1.3

前 言

本标准是对 GB/T 4372.2—1984《氧化锌(直接法)化学分析方法 磷酸底液极谱法测定氧化铅与氧化镉量》的修订。修订的主要内容是采用原子吸收光谱法测定氧化镉量。

本标准的编写遵循：

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 7728—1987 冶金产品化学分析 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 17433—1998 冶金产品化学分析基础术语

本标准从实施之日起,同时代替 GB/T 4372.2—1984。

本标准的附录 A 是提示的附录。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由水口山矿务局负责起草。

本标准主要起草人:匡海燕、姚晓红、毛艳玲、谭平生。

本标准委托全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

直接法氧化锌化学分析方法
原子吸收光谱法测定氧化镉量

GB/T 4372.4—2001

Methods for chemical analysis of zinc
oxide produced by direct process
—Determination of cadmium oxide content
—Atomic absorption spectrometry method

代替 GB/T 4372.2—1984

1 范围

本标准规定了直接法氧化锌中氧化镉含量的测定方法。
本标准适用于直接法氧化锌中氧化镉含量的测定。测定范围:0.002 0%~0.30%。

2 方法提要

试料用硝酸溶解,在稀硝酸(5+95)介质中,使用空气-乙炔火焰,于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处测量镉的吸光度,以标准曲线法计算氧化镉的含量。

3 试剂

- 3.1 硝酸(1+1)。
- 3.2 镉标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 纯镉(99.99%)置于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(3.1),微热溶解,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.10 mg 镉。
- 3.3 镉标准溶液:移称取 10.00 mL 镉标准贮存溶液(3.2)于 100 mL 容量瓶中,加 5 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 10 μ g 镉。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附镉空心阴极灯。
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:在与测量样品溶液基体相一致的溶液中,镉的特征浓度应不大于 0.03 μ 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,其标准偏差都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。

仪器工作条件见附录 A(提示的附录)。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

氧化镉的质量分数, %	试料量, g	分取试液体积, mL
0.002 0~0.010	0.500 0	全量
>0.010~0.025	0.200 0	全量
>0.025~0.100	0.200 0	10.0
>0.100~0.300	0.200 0	5.0

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 150 mL 烧杯中,加入 5 mL 硝酸(3.1),盖上表皿,置于电热板上微热溶解,溶解完全后,取下冷却,用水吹洗表皿及杯壁,移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.2 按表 1 分取试液移入 50 mL 容量瓶中,加 5 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。

5.3.3 使用空气-乙炔火焰于原子吸收光谱仪波长 228.8 nm 处,以水调零,测量试液吸光度。所测吸光度减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的镉浓度。

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 mL 镉标准溶液(3.3),分别置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 硝酸(3.1),用水稀释至刻度,混匀。

5.4.2 与测定试料溶液相同条件下,测量系列标准溶液吸光度。以镉浓度为横坐标,吸光度(减去零浓度溶液的吸光度)为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的表述

按式(1)计算氧化镉的质量分数:

$$w(\text{CdO}) = \frac{c \cdot V_2 \cdot V_0 \times 10^{-6} \times 1.142\ 3}{m \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: $w(\text{CdO})$ ——氧化镉的质量分数, %;

c ——自工作曲线上查得的镉浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V_0 ——试料溶液的总体积, mL;

V_1 ——分取试液的体积, mL;

V_2 ——分取试液稀释后的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

1.142 3——镉换算成氧化镉的系数。

7 允许差

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

%

氧化镉的质量分数	允许差
0.002 0~0.008 0	0.000 6
>0.008 0~0.025	0.001 6
>0.025~0.060	0.003
>0.060~0.100	0.006
>0.100~0.300	0.010