

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

UDC 661.847.22  
:543.24:546  
.47-31  
GB 4372.1-84

Methods for chemical analysis of zinc oxide (direct process)  
The potassium ferrocyanide volumetric method  
for the determination of zinc oxide content

本标准适用于氧化锌（直接法）中氧化锌量的测定，测定范围：97.5%以上。  
本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样以混合溶剂溶解，控制一定体积，加热至沸，以二苯胺为指示剂，用亚铁氰化钾标准溶液滴定至紫蓝色突然消失并呈现黄绿色为终点。铅对本法无干扰。溶液中存在铁、镉、铜、锰、钨、镓、锡、银、钴、镍等其总量超过1mg时，本法不适用。

2 试剂

2.1 混合溶剂：将50g硫酸铵、4g无水磷酸氢二钠溶于约700ml水中，缓缓加入130ml硫酸（比重1.84），冷却后，加水至1000ml，混匀后使用。

2.2 二苯胺溶液（1%）：用硫酸（比重1.84）配制。

2.3 亚铁氰化钾标准溶液：称取200g亚铁氰化钾，3.0g铁氰化钾置于烧杯中，用水溶解后移于10L棕色瓶中，用水稀释至10L，混匀。放置一周后过滤，混匀。

标定：称取约0.5g（精确至0.0001g）预先于800℃灼烧2h并于干燥器中冷至室温的氧化锌基准试剂三份，分别置于三个400ml烧杯中，盖上表皿，以下按4.3条从以水润湿起与分析试样同时进行标定。

按式（1）计算亚铁氰化钾对氧化锌的滴定度*T*，取其平均值。

$$T = \frac{m}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中：*T*——1ml亚铁氰化钾标准溶液相当于氧化锌的量，g；

*m*——称取氧化锌的量，g；

*V*——标定时消耗亚铁氰化钾标准溶液体积，ml。

三份溶液标定出的*T*值，其极差值如超过 $5 \times 10^{-6}$ g时需重新标定。

3 试样

试样预先在105~110℃烘2h，置于干燥器中冷至室温。

4 分析步骤

4.1 测定数量

分析时应称取两份试样进行测定，取其平均值。

4.2 试样量

称取约0.5g试样，精确至0.0001g。

## 4.3 测定

将试样量(4.2)置于400ml烧杯中,盖上表皿,以水润湿,加入50ml混合溶剂(2.1),加热溶解,稍冷后,加水至约200ml,加热至沸。取下,放在电磁搅拌器上,在不断搅拌下,从100ml大肚滴定管中匀速滴入约95ml亚铁氰化钾标准溶液(2.3),加入5滴二苯胺溶液(2.2),再慢慢滴至紫蓝色突然消失并呈现黄绿色,再继续保持20s不变为终点。此时溶液温度不得低于70℃。

## 5 分析结果的计算

按式(2)计算氧化锌的百分含量:

$$\text{ZnO}(\%) = \frac{V \cdot T}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $V$ ——滴定试液时所消耗的亚铁氰化钾标准溶液体积, ml;

$T$ ——1ml亚铁氰化钾标准溶液相当于氧化锌的量, g;

$m$ ——试样量, g。

分析结果表示到小数点后二位。

## 6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

氧化锌含量	允许差
97.50以上	0.20

## 附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由湖南水口山矿务局负责起草。

本标准由湖南水口山矿务局科研所、第二冶炼厂共同起草。

本标准主要起草人肖雨溪、易一心。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准 YB 815-55《直接法氧化锌化学分析方法》作废。