

GB/T 4372.1—2001

## 前　　言

本标准是对 GB/T 4372.1—1984《氧化锌(直接法)化学分析方法 亚铁氯化钾容量法测定氧化锌量》的修订。修订的主要内容是采用  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  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。

# 中华人民共和国国家标准

## 直接法氧化锌化学分析方法 Na<sub>2</sub> 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**  
**—Na<sub>2</sub> 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: ≥98.0%。

### 2 方法提要

试料用稀硫酸溶解, 在 pH 5~6 的六次甲基四胺-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 Na<sub>2</sub> 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 六次甲基四胺-硫酸缓冲溶液(pH 5~6): 称取 300 g 六次甲基四胺于 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:

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 2001-07-10 批准

2001-12-01 实施

GB/T 4372.1-2001

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*—基准氯化锌的质量, g;

V——标定时消耗 Na<sub>2</sub>EDTA(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  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  (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:

式中： $c$ —Na<sub>2</sub>EDTA 标准溶液(3.10)的实际浓度,g/L;

$V_1$ ——滴定试液时消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ (3.10)标准溶液的体积, mL;

$V_0$ ——空白试验消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$ (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。

**GB/T 4372.1—2001****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