

中华人民共和国国家标准

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

UDC 661.847.22:543
.253:546.815
+546.48-31
GB 4372.2-84

Methods for chemical analysis of zinc oxide (direct process)
The phosphoric acid supporting electrolyte polarographic
methods for the determination of lead
oxide and cadmium oxide contents

本标准适用于氧化锌（直接法）中氧化铅与氧化镉量的测定。测定范围：氧化铅0.010~1.00%，氧化镉0.0020~0.300%。

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2.4 mol/l磷酸溶解，加入抗坏血酸除氧，于示波极谱仪上，在-0.3~-0.8V摄取铅、镉的极谱波。在此底液中，铅的峰电位约为-0.4V，镉的峰电位约为-0.6V。溶液中共存的铅镉比不大于30:1对测定无影响。溶液中分别存在1 mg铋、砷、铊、铈、锡时对测定无干扰。

2 试剂

2.1 抗坏血酸。

2.2 磷酸：取16ml磷酸（比重1.70），加水稀释至100ml，混匀。

2.3 铅标准溶液：称取1.000g纯铅（99.99%以上），置于250ml烧杯中，盖上表皿，加入20ml硝酸（1+1），微热溶解，取下，以水洗表皿，冷却，移入1000ml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1ml含1.0mg铅。

2.4 镉标准溶液：称取0.1000g纯镉（99.9%以上），置于250ml烧杯中，盖上表皿，加入20ml硝酸（1+2），微热溶解，取下，以水洗表皿，冷却，移入1000ml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1ml含0.10mg镉。

3 仪器

示波极谱仪。

4 试样

试样预先在105~110℃烘2h，置于干燥器中冷至室温。

5 分析步骤

5.1 测定数量

分析时应称取两份试样进行测定，取其平均值。

5.2 试样量

国家标准局1984-04-30发布

1985-04 01实施

称取1.000g试样。

5.3 测定

5.3.1 将试样(5.2)置于100ml烧杯中,加入40ml磷酸(2.2),加热溶解,冷却后移入50ml容量瓶中,以少量磷酸(2.2)洗烧杯,合并于容量瓶中,加入0.20g抗坏血酸(2.1),摇动使之溶解,用磷酸(2.2)稀释至刻度,混匀。

5.3.2 将部分溶液移入50ml烧杯中,于示波极谱仪上,从-0.3V起始电压阴极化扫描测定铅。然后从-0.4V起始电压阳极化扫描测定镉。从工作曲线上查出相应的铅与镉量。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00ml铅标准溶液(2.3),分别置于一组50ml容量瓶中。然后移取0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00ml镉标准溶液(2.4),依次置于上述一组50ml容量瓶中,加入0.2g抗坏血酸(2.1),摇动使之溶解,以磷酸(2.2)稀释至刻度,混匀。

5.4.2 将部分溶液移入50ml烧杯中,于示波极谱仪上,从-0.3V起始电压阴极化扫描测定铅。然后从-0.4V起始电压阳极化扫描测定镉。分别以铅量、镉量为横坐标,以相应的铅波高、镉波高为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按式(1)计算氧化铅的百分含量:

$$\text{PbO}(\%) = \frac{m_1 \times 1.077}{m_0 \times 10} \dots\dots\dots (1)$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的铅量, mg;

m_0 ——试样量, g;

1.077——铅换算为氧化铅的换算因数。

按式(2)计算氧化镉的百分含量:

$$\text{CdO}(\%) = \frac{m_1 \times 1.142}{m_0 \times 10} \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的镉量, mg;

m_0 ——试样量, g;

1.142——镉换算为氧化镉的换算因数。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应分别不大于表1和表2所列允许差。

表 1

续

氧化铅含量	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

表 2

%

氧化铜含量	允许差
0.0020~0.0080	0.0006
0.0080~0.0250	0.0016
0.025~0.060	0.003
0.060~0.100	0.006
0.100~0.300	0.010

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和第二冶炼厂共同起草。

本标准主要起草人李玉元、宁洪勋。

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。