

中华人民共和国国家标准

氧化锌（直接法）化学分析方法
双环己酮草酰二脒光度法
测定氧化铜量

UDC 661.847.22
:543.42:546
.56-31
GB 4372.3-84

Methods for chemical analysis of zinc oxide (direct process)
The biscyclohexanone oxalyldihydrazone
photometric method for the determination
of copper oxide content

本标准适用于氧化锌（直接法）中氧化铜量的测定。测定范围：0.0005~0.010%。

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

试样经盐酸溶解，在pH9柠檬酸铵介质中，以双环己酮草酰二脒为显色剂，于分光光度计波长600nm处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 盐酸（1+1）。

2.2 氢氧化铵（比重0.90）。

2.3 氢氧化铵（1+1）。

2.4 缓冲溶液：称取2.0g柠檬酸铵，溶于100ml水中，用氢氧化铵（2.2）调溶液至pH9左右。

2.5 双环己酮草酰二脒（BCO）溶液（0.1%）：用乙醇（1+1）配制。

2.6 铜标准贮存溶液：称取1.000g纯铜（99.99%）置于300ml烧杯中，加入20ml硝酸（1+1），低温加热溶解，煮沸赶走氮的氧化物，冷却，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1.0mg铜。

2.7 铜标准溶液：移取5.00ml铜标准贮存溶液（2.6），置于500ml容量瓶中，加5ml硝酸（1+1），用水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.01mg铜。

3 仪器

分光光度计。

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 空白试验

随同试样做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试样(5.2)置于250ml烧杯中,加入10ml盐酸(2.1),微热溶解并煮沸1min,稍冷,用氢氧化铵(2.2)中和至生成的沉淀全部溶解(此时溶液约为pH9)。加入10ml缓冲溶液(2.4)、20mlBCO溶液(2.5),混匀。

5.4.2 将溶液冷却至室温,移入50ml比色管中,用水稀释至刻度,混匀(溶液如浑浊时,可用干滤纸过滤)。放置30min。

5.4.3 将部分溶液移入3cm比色皿中,以随同试样的空白为参比,于分光光度计波长600nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铜量。

5.5 工作曲线的绘制

5.5.1 移取0.00, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00ml铜标准溶液(2.7),分别置于一组50ml比色管中,用氢氧化铵(2.3)中和至pH9左右,加入10ml缓冲溶液(2.4)、20mlBCO溶液(2.5),用水稀释至刻度,混匀,放置30min。

5.5.2 将部分溶液移入3cm比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长600nm处测量其吸光度,以铜量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算氧化铜的百分含量:

$$\text{CuO}(\%) = \frac{m_1 \times 1.2518}{m_0 \times 10}$$

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的铜量, mg;

m_0 ——试样量, g;

1.2518——铜换算为氧化铜的换算因数。

分析结果表示到小数点后四位。

7 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。

氧化铜含量	允许差
0.0005~0.0010	0.0002
0.0010~0.0030	0.0004
0.0030~0.0060	0.0007
0.0060~0.0100	0.0010

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、第二冶炼厂起草。

本标准主要起草人易一心、肖雨溪。

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。