

前 言

本标准是对 GB/T 4372.3—1984《氧化锌(直接法)化学分析方法 双环己酮草酰二脒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。

中华人民共和国国家标准

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

代替 GB/T 4372.3—1984

—Determination of copper oxide content
—Atomic absorption spectrometry method

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:

$$w(\text{CuO}) = \frac{c \cdot V \times 10^{-6} \times 1.2518}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

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;

1.2518——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
