



中华人民共和国国家标准

GB/T 4372.7—2014

直接法氧化锌化学分析方法 第7部分：三氧化二铁量的测定 火焰原子吸收光谱法

Methods for chemical analysis of zinc oxide produced by direct process—
Part 7: Determination of ferric oxide content—
Flame atomic absorption spectrometry method

2014-12-05 发布

2015-08-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 4372《直接法氧化锌化学分析方法》分为 7 个部分：

- 第 1 部分：氧化锌量的测定 Na₂EDTA 滴定法；
- 第 2 部分：氧化铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 3 部分：氧化铜和氧化镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：铜、铅、铁、镉和锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 5 部分：锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：金属锌的检验；
- 第 7 部分：三氧化二铁量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为 GB/T 4372 的第 7 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC243)归口。

本部分负责起草单位：湖南水口有色金属集团有限公司、湖南有色金属研究院。

本部分起草单位：湖南水口山有色金属集团有限公司、广州有色金属研究院、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、湖南有色金属研究院、北京矿冶研究总院、防城港出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：罗永锋、曾光明、谭谦、戴凤英、许洁瑜、李小玲、王蒋亮、黄智、庞文林、杨德利、沈琳、谢毓群、李小琴。

直接法氧化锌化学分析方法

第7部分：三氧化二铁量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

GB/T 4372 的本部分规定了直接法氧化锌中三氧化二铁量的测定方法。

本部分适用于直接法氧化锌中三氧化二铁量的测定。测定范围：0.010%~0.10%。

2 方法提要

试料用盐酸、硝酸溶解，蒸干，在稀盐酸介质中，使用空气-乙炔火焰，于原子吸收光谱仪波长 248.3 nm 处测量铁的吸光度，以标准曲线法计算三氧化二铁量。

3 试剂

除非另有说明外，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和一级水或相当纯度的水。

3.1 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。

3.3 硝酸(1+1)。

3.4 硝酸(1+3)。

3.5 盐酸(1+1)。

3.6 铁标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 金属铁[将金属铁丝($w_{\text{Fe}} \geq 99.9\%$)截成小段放入稀硝酸(3.4)中浸泡 1 min~2 min,取出。放入无水乙醇中浸泡 1 min~2 min,取出,用滤纸反复吸干后立即称取]置于 300 mL 烧杯中,加入 40 mL 盐酸(3.5),低温加热使其溶解完全,加入 10 mL 硝酸(3.3),低温蒸至近干,取下冷却。加入 20 mL 盐酸(3.5),低温加热溶解盐类,冷却后移入 1 000 mL 容量瓶中,加入 400 mL 盐酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。

3.7 铁标准溶液：分别移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液(3.6)于 100 mL 容量瓶中,加入 36 mL 盐酸(3.2),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 铁。

4 仪器

原子吸收光谱仪,附铁空心阴极灯。

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空白相一致的溶液中,铁的特征浓度应不大于 0.3 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

精密度：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最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%；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,