



中华人民共和国国家标准

GB/T 4372.1—2014
代替 GB/T 4372.1—2001

直接法氧化锌化学分析方法 第 1 部分：氧化锌量的测定 Na₂EDTA 滴定法

Methods for chemical analysis of zincoxide produced by direct process—
Part 1: Determination of zinc oxide content—
Na₂EDTA titration 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：氧化铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 4 部分：氧化镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 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。

本部分为第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4372.1—2001《直接法氧化锌化学分析方法 Na₂EDTA 滴定法测定氧化锌量》，与 GB/T 4372.1—2001 相比，主要有如下变动：

- 对文本格式进行了修改。
- 补充了精密度和试验报告。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：湖南水口山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、株洲冶炼集团股份有限公司、中国有色桂林矿产地质研究院有限公司、湖南有色地质勘查研究院、湖南有色金属研究院、北京矿冶研究总院。

本部分主要起草人：曾光明、鲍炳辉、毛艳玲、张萍、姜晴、袁永海、徐华、李金岩、魏祥晖、庞文林、唐飞燕、姜求韬。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4372.1—1984；GB/T 4372.1—2001。

直接法氧化锌化学分析方法

第 1 部分:氧化锌量的测定

Na₂EDTA 滴定法

1 范围

GB/T 4372 的本部分规定了直接法氧化锌中氧化锌量的测定方法。
本部分适用于直接法氧化锌中氧化锌量的测定。测定范围 $\geq 98.00\%$ 。

2 方法提要

试料用稀硫酸溶解,在 pH 值 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 Na₂EDTA 标准溶液滴定至亮黄色为终点。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 抗坏血酸。

3.2 基准氧化锌($w_{ZnO} \geq 99.999\%$):使用前在 800 °C 下灼烧 2 h~3 h,取出,置于干燥器中冷至室温。

3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.4 氨水。

3.5 硫酸(1+3)。

3.6 氨水(1+1)。

3.7 六次甲基四胺-硫酸缓冲溶液(pH 值 5~6):称取 300 g 六次甲基四胺于 2 000 mL 烧杯中,加入 950 mL 水溶解(若溶液有红色,用棉花过滤),再加入 50 mL 硫酸(1+1),混匀。

3.8 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 值为 6 左右(当天有效)。

3.9 碘化钾溶液(200 g/L):称取 20 g 碘化钾溶于 100 mL 水中,加入少许抗坏血酸至黄色褪尽(用时配制)。

3.10 甲基红溶液(1.0 g/L)。

3.11 二甲酚橙溶液(2 g/L)。

3.12 乙二胺四乙酸二钠(Na₂EDTA)标准溶液($c \approx 0.06$ mol/L)

配制:称取 22.87 g Na₂EDTA,加水微热溶解,冷至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,充分混匀。放置 3 d 后标定。

标定:准确称取 0.500 00 g(精确至 0.000 02 g)的基准氧化锌(3.2)3 份(用于瓷皿中在 800 °C 下灼烧 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。随同标定作空白试验。

按式(1)计算 Na₂EDTA 标准溶液(3.12)的实际浓度:

$$c = \frac{m}{(V - V_0) \times 0.08137} \dots\dots\dots (1)$$