YS/T XXXX.1-201X

ICS 77.120.60

H 13

中华人民共和国工业和信息化部　发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

粗锌化学分析方法

第1部分：锌量的测定

Na2EDTA滴定法

Methods for chemical analysis of crude zinc—

Part 1:Determination of zinc content—

Na2EDTA titration method

 (送审稿)

前 言

YS/T XXXX-201X 《粗锌化学分析方法》分为 11个部分：

——第1部分 锌量的测定 Na2EDTA滴定法；

——第2部分 铅量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第3部分 铁量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第4部分 镉量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第5部分 铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第6部分 砷量的测定 原子荧光光谱法；

——第7部分 锑量的测定 原子荧光光谱法；

——第8部分 锡量的测定 原子荧光光谱法；

——第9部分 锗量的测定 苯芴酮分光光度法；

——第10部分铟量的测定 火焰原子吸收光谱法；

——第11部分铅、铁、镉、铜、锡、铝、砷、锑、锗、铟量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为YS/TXXXX-201X的第1部分。

本部分是按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草的。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本标准负责起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司。

本部分起草单位：深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、XXX、XXX、湖南有色金属研究院、北矿检测技术有限公司、国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心（安徽）、国标（北京）检验认证有限公司、大冶有色金属研究设计院、西北有色金属研究院、XXX.

本部分主要起草人：师世龙、林叶、左鸿毅、袁齐、XXX、侯丹 刘娟、范丽新 、王蕾、屈平、丁轶聪、陈映纯、张晓、潘晓玲、陈兰、周恺、XXX、XXX

**粗锌化学分析方法**

**第1部分：锌量的测定**

**Na2EDTA 滴定法**

**1范围**

本部分规定了粗锌中锌量的测定方法。

本部分适用于粗锌中锌含量的测定。测定范围：90.00% ～99.50%。

**2 方法提要**

试料硝酸、酒石酸分解，当铅、铁、铟等杂质含量低时，加入掩蔽剂掩蔽少量干扰元素，调节pH5.5～pH6.0，以二甲酚橙为指示剂，用Na2EDTA测定锌、铅、镉合量，扣除铅、镉合量，即为锌量。

当铅量大于3%或铟大于0.05%时，采用氨水沉淀过滤分离杂质，用Na2EDTA滴定锌、镉合量，扣除镉量，即为锌量。

**3试剂**

除非另有说明，本部分所用试剂均为符合国家标准或行业标准的分析纯试剂，所用水均为蒸馏水。

3.1 抗坏血酸。

3.2 无水乙酸钠。

3.3 氯化铵。

3.4 金属锌（ωZn≥99.99%）。使用前表面无氧化，锌用盐酸（1+9）清洗1min，再用水和丙酮冲洗，并在50℃烘箱中烘干。

3.5盐酸（ρ 1.19ｇ/ mL）。

3.6 硝酸（ρ 1.40ｇ/ mL）

3.7硫酸（ρ1.84g/ mL）。

3.8氨水（ρ 0.90ｇ/ mL）。

3.9硝酸-酒石酸溶液：100g酒石酸溶于500 mL水中，再加入500 mL硝酸（3.6）.

3.10硫酸（1+1）。

3.11硫酸（1+9）。

3.12 盐酸（1+1）。

3.13 氨水（1+1）。

3.14 硫脲（100g/L）。

3.15 氟化铵（400 g/L），贮于塑料瓶中。

3.16铁贮存溶液（20g/ L）：称取10g九水合硫酸铁溶解于1 00mL硫酸（3.11）中。

3.17过硫酸铵溶液（200 g/L），用时现配。

3.18 六次甲基四胺溶液（200g/L）。

3.19乙酸（ρ1.049g/ mL）。

3.20 乙酸—乙酸钠缓冲溶液（pH=5.5）：150g乙酸钠（3.2 ）溶于水中，加入18mL乙酸（3.19 ），用水稀释至1000mL，混匀。

3.21 二甲酚橙指示剂（5g/L），限二周内使用。

3.22 对-硝基苯酚（10g/L）。

3.23 洗涤液： 2g氯化铵（3.3）溶于100 mL水中，加入6滴～ 8滴氨水（3.13），混匀。

3.24 锌标准溶液：称取10.0000g金属锌（ωZn≥99.99%）置于400mL烧杯中，在室温下缓慢多次加入100mL硝酸-酒石酸溶液（3.9），待激烈反应停止后，将烧杯移上电热板，低温溶解完全，煮沸赶尽氮的氧化物，取下冷却，用水移入1000mL容量瓶中并稀至刻度，混匀。此溶液1mL含10mg锌。

3.25乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液〔c（Na2EDTA）≈0.050mol/L〕。

3.25.1配制：称取18.6g Na2EDTA于1000mL烧杯中，加水微热溶解（或加0.1gNaOH助溶），冷却至室温，移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。放置三天后标定。

3.25.2 标定：分别移取三份15.00mL锌标准溶液（3.24）于500mL三角烧杯中，随同试样进行标定。当铅量≤3.0%，铁量≤0.50%，铟≤0.050%%时，按5.4.2步骤进行标定。当铅量＞3.0%或铟＞0.050%，按5.4.3～5.4.6步骤进行标定。随同标定进行空白试验。

按式（1）计算Na2EDTA标准滴定溶液的浓度：

 ……………………………(1)

式中：

C——Na2EDTA标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m1——称取金属锌的质量，单位为克（g）；

V1——标定时消耗Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；

V0——标定时空白溶液所消耗Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)。

65.39——锌的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

平行标定三份，所得结果保留四位有效数字，其极差值不大于8×10-5mol/L时，取其平均值。否则重新标定。

**4试样**

将试样剪碎至4mm以下，用磁铁除去加工时带人的铁屑，然后过0.450mm筛，筛上筛下分别称重后，备用。

**5 分析步骤**

**5.1试料**

用四分法按筛上、筛下比例称取10.0g试样，精确至0.0001g。

**5.2 测定次数**

独立地进行两次测定，取其平均值。

**5.3 空白试验**

随同试料做空白试验。

**5.4 测定**

5.4.1 将试料（5.1）置于500mL烧杯中，盖上表皿，在室温下缓慢多次加入100 mL硝酸-酒石酸溶液（3.9），待激烈反应停止后，将烧杯移上电热板，低温溶解至试液清亮，[如样品中有难溶的渣时，补加10mL硝酸-酒石酸溶液（（3.9），再加5mL氟化铵（3.15）继续溶解至清亮]。用水吹洗表皿及杯壁，继续加热至微沸，驱除氮的氧化物。取下冷却至室温，将溶液移入1000mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

当铅量≤3.0%，铁量≤0.50%，铟≤ 0.050%时，按5.4.2进行。

当铅量＞3.0%或铟＞0.050%，按5.4.3～5.4.6步骤进行

5.4.2 移取15.00mL试液（5.4.1）于500mL三角烧杯中，吹水至120mL左右，加入5mL硫脲溶液（3.14） [注：当铁＞0.20％或铝＞0.20%，补加10 mL氟化铵（3.15）]。加入1滴对-硝基苯酚（3.22），用饱和六次甲基四铵（3.18）调至浅黄色出现，用硝酸（1+1）调至浅黄色刚好消失。[调至pH5.5，也可用pH计或pH试纸检查]。每加入一种试剂需摇匀。加入乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.20)20 mL,加0.1g抗坏血酸（3.1），滴加1滴二甲酚橙指示剂（3.21），用Na2EDTA标准滴定溶液（3.25）滴定至溶液由紫红色变为亮黄色为终点。

5.4.3 移取15.00mL试液（5.4.1）于300mL烧杯中，加入5mL硫酸（3.10），于电热板上加热至冒浓白烟，取下稍冷，沿杯壁缓慢加入1mL硝酸（3.6），继续冒烟，如此重复操作，直至赶尽碳化合物。取下冷却，加入20mL硫酸（3.11），加热溶解盐类。取下稍冷，用水吹洗表皿及杯壁，并稀释体积至60mL左右，加入3g～5g氯化铵（3.3）、5mL过硫酸铵溶液（3.17），[如溶液中含铁较低，适当补加硫酸铁贮存溶液（3.16）使溶液中含铁约20mg]，用氨水（3.13）中和至沉淀完全再过量10mL，加热微沸1min～2min，趁热用快速定性滤纸过滤，用热的洗涤液（3.23）洗涤烧杯和沉淀各2次～3次，滤液保留。

5.4.4将沉淀用热的洗涤液（3.23）洗入于原烧杯中，用热水洗净滤纸，加入25mL硫酸（3.11）微热溶解沉淀，加入5mL过硫酸铵溶液（3.17），用氨水（3.13）中和至沉淀完全再过量10mL，加热微沸1min～2min，取下，经原滤纸过滤于保留液(5.4.3)的烧杯中，用热的洗涤液（3.23）洗涤烧杯和沉淀各3次～4次，

5.4.5 将滤液（5.4.4）煮沸并浓缩至体积约100mL，彻底破坏过剩的过硫酸铵，取下放冷，加入4mL盐酸（3.12）酸化。

5.4.6 加0.1g抗坏血酸（3.1），加入1滴对-硝基苯酚（3.22），用氨水（3.13）调至黄色出现，用硫酸（3.10）调至黄色刚好消失。[调至pH5.5，也可用pH计或pH试纸检查]加入20 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液(3.20),5 mL氟化铵溶液（3.15）、5mL硫脲溶液（3.14），滴加1滴二甲酚橙指示剂（3.21），用Na2EDTA标准滴定溶液（3.25）滴定至溶液由紫红色变为亮黄色为终点。

**6 分析结果的计算**

锌含量以锌的质量分数ωZn 计，数值以%表示，按式（2）计算：

*w*Zn（%）=

 C×65.39 ×( V3-V2)

×100 -*w*Cd×0.5816- *w*Pb

………..(2)

 m2×15

式中：

 C ——Na2EDTA标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

 65.39 ——锌的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m2  ——试料的质量，单位为克（g）；

 V3 ——试液所消耗Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

 V2 ——空白试验消耗Na2EDTA标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*w*Cd ——由YS/T .3（？）测得的试料中镉的质量分数；

*w*Pb ——由YS/T .3（？）测得的试料中铅的质量分数；

注：当试料按5.4.3～5.4.6步骤进行，*w*Pb的值取0

0.5816 ——镉量换算成锌量的系数

0.3156 ——铅量换算成锌量的系数。

计算结果表示到小数点后两位。

**7 精密度**

**7.1 重复性**

在重复性条件下获得的2次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%，重复性限（r）按表2数据采用线性内插法求得。

**表 2 重复性限**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*Zn /% | 90.424 | 93.946 | 96.496 | 97.985 | 99.013 | 93.402 |
| *r*/% | 0.38 | 0.31 | 0.28 | 0.25 | 0.22 | 0.30 |

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表3数据采用线性内插法求得。

**表 3 再现性限**

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *W*Zn /% | 90.424 | 93.946 | 96.496 | 97.985 | 99.013 | 93.402 |
| *R*/% | 0.40 | 0.351 | 0.33 | 0.31 | 0.28 | 0.35 |

**8 试验报告**

本章规定试验报告所包括的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

*——* 试样；

*——* 使用的标准，YS/T XX-201X；

*——* 使用的方法；

*——* 分析结果及其表示；

*——* 与基本分析步骤的差异；

*——* 测定中观察的异常现象；

*——* 试验日期。