

# 氧化锌 (间接法)

## GB/T 3185-92

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了间接法制备的氧化锌的技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存。  
本标准适用于涂料、橡胶、医药、化工和轻工等工业用的氧化锌。

分子式: ZnO

相对分子质量: 81.39(1987年国际原子量)

### 2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB 1715 颜料筛余物测定法

GB 1864 颜料颜色的比较

GB 5211.2 颜料水溶物测定 热萃取法

GB 5211.3 颜料在 105℃挥发物的测定

GB 5211.15 颜料吸油量的测定

GB 5211.16 白色颜料消色力的比较

GB 6682 实验室用水规格

GB 9285 色漆和清漆用原材料 取样

GB 9723 化学试剂火焰原子吸收光谱法通则

### 3 产品分类

根据用途不同分为两类,每类分为下列等级:

a. BA01—05(I型)橡胶用. 优级品、一级品、合格品;

b. BA01—05(II型)涂料用. 优级品、一级品、合格品。

### 4 技术要求

氧化锌的技术指标应符合下表要求:

| 项 目                            | 指标          |        |        |              |       |       |
|--------------------------------|-------------|--------|--------|--------------|-------|-------|
|                                | BA01—05(I型) |        |        | BA01—05(II型) |       |       |
|                                | 优级品         | 一级品    | 合格品    | 优级品          | 一级品   | 合格品   |
| 氧化锌(以干品计), % ≥                 | 99.70       | 99.50  | 99.40  | 99.70        | 99.50 | 99.40 |
| 金属物(以 Zn 计), % ≤               | 无           | 无      | 0.008  | 无            | 无     | 0.008 |
| 氧化铅(以 Pb 计), % ≤               | 0.037       | 0.05   | 0.14   |              |       |       |
| 锰的氧化物(以 Mn 计), % ≤             | 0.0001      | 0.0001 | 0.0003 |              |       |       |
| 氧化铜(以 Cu 计), % ≤               | 0.0002      | 0.0004 | 0.0007 |              |       |       |
| 盐酸不溶物, % ≤                     | 0.006       | 0.008  | 0.05   |              |       |       |
| 灼烧减量, % ≤                      | 0.2         | 0.2    | 0.2    |              |       |       |
| 筛余物(45 μm 网眼), % ≤             | 0.10        | 0.15   | 0.20   | 0.10         | 0.15  | 0.20  |
| 水溶物, % ≤                       | 0.10        | 0.10   | 0.10   | 0.10         | 0.10  | 0.15  |
| 105℃挥发物, % ≤                   | 0.3         | 0.4    | 0.5    | 0.3          | 0.4   | 0.5   |
| 吸油量, g/100g ≤                  |             |        |        | 14           | 14    | 14    |
| 颜色 <sup>1)</sup> (与标准样比)       |             |        |        | 近似           | 微     | 稍     |
| 消色力 <sup>1)</sup> (与标准样比), % ≥ |             |        |        | 100          | 95    | 90    |

注: 1) II型“颜色”“消色力”的标准样提供单位: 兰州化工原料厂。

## 5 试验方法

本标准所用的试剂，在没有注明其他要求时，均使用分析纯试剂。本标准使用 GB 6682 规定的三级水或相应纯度的水。

### 5.1 氧化锌含量的测定

#### 5.1.1 原理

将试样溶于盐酸中中和之后用 EDTA 标准滴定溶液滴定氧化锌含量。

#### 5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 盐酸(GB 622)：优级纯，稀释 1+1。

5.1.2.2 氨水(GB 631)：优级纯。

5.1.2.3 氨水(GB 631)：优级纯，稀释 1+1。

5.1.2.4 缓冲溶液(pH=10)。

称取 54g 氯化铵(GB 658)溶于 200 mL 水中，加 350ml 氨水(5.1.2.2)再继续用水稀释至 1000ml。

5.1.2.5 铬黑 T 指示剂：5g / L, 按 GB 603 配制。

5.1.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液：C (EDTA)=0.05 mol/L, 按 GB 601 配制与标定。

#### 5.1.3 仪器和设备

5.1.3.1 天平：感量 0.0001g。

5.1.3.2 锥形烧瓶：500mL。

5.1.3.3 电炉。

#### 5.1.4 分析步骤

##### 5.1.4.1 试样

称取预先干燥(105±1℃)的试样 0.13~0.15g, 准确至 0.0001g。

##### 5.1.4.2 测定

将试样置于 500 mL 锥形烧瓶中，加少量水润湿，加盐酸(5.1.2.1)3 ml 加热溶解后，加水至 200ml, 用氨水(5.1.2.3)中和至 pH7~8(有氢氧化锌沉淀生成)，再加缓冲液(5.1.2.4) 10ml, 和络黑 T 指示剂(5.1.2.5)5 滴，用 EDTA 标准滴定溶液(5.1.2.6)滴定至溶液由葡萄紫巨变为蓝色即为终定。

##### 5.1.5 结果表示

氧化锌含量( $X_1$ )以质量百分数表示，按式(1)计算：

$$X_1 = \frac{0.08139 \times C \cdot V}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： $X_1$ -氧化锌之百分含量，以质量百分数表示；

C-EDTA 标准滴定溶液之物质的量浓度，Mol/L；

V-EDTA 标准滴定溶液之用量，ML；

m-试样的质量 g

0.08139-与 1.00ml EDTA 标准滴定溶液(C(EDTA)=1.000MOL/L)相当的以克表示的氧化锌的质量。

取两次测定的平均值，结果保留二位小数。

##### 5.1.6 允许差

两次平行测定值的相对误差不得大于 0.1%。

## 5.2 金属物(以 Zn 计)含量的测定

### 5.2.1 原理

定性试验：将试样溶于盐酸中，观察其溶解过程。

定量试验：将试样溶于碘标准溶液和盐酸中，冷却，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定锌。

### 5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 盐酸(GB 622)：优级纯，稀释 1+1。

5.2.2.2 盐酸(GB 622)：优级纯，稀释 1+3。

5.2.2.3 碘标准溶液： $C(1/2I_2)=0.05\text{mol}/\text{l}$ ，按 GB 601 配制与标定。

5.2.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.05\text{mol}/\text{l}$ ，按 GB 601 配制与标定。

5.2.2.5 淀粉溶液 5g/L，按 GB 602 配制。

### 5.2.3 仪器和设备

5.2.3.1 天平：感量 0.1 g。

5.2.3.2 烧杯：400mL。

5.2.3.3 碘量瓶：500ml。

5.2.3.4 移液管：25ml。

### 5.2.4 分析步骤

#### 5.2.4.1 试详

称取试样 30g、10g，准确至 0.1g。

#### 5.2.4.2 测定

定性试验：将 30g 试样置于 400ml 烧杯中，以少量水润湿，加盐酸(5.2.2.1)2ml，用玻璃棒搅拌并观察氧化锌溶解情况。在溶解过程中，如没有发现黑色点状金属物及放出氢气泡的现象，则认为不含金属物，否则需进行定量试验。

定量试验：将 10g 试样置于装有玻璃球的 500ml 碘量瓶中。以水润湿。用移液管加入碘标准溶液(5.2.2.3)25 mL。摇动混合，盖上瓶塞并加水密封，置于暗处 1 h，时时振摇。然后徐徐加入盐酸(5.2.2.2)90mL。盖紧瓶塞。立即以流水冷却至室温。待氧化锌完全溶解后，以蒸馏水冲洗瓶塞及瓶壁。立即以硫代硫酸钠标准滴定溶液(5.2.2.4)滴定。待溶液变为淡蓝色。加入淀粉溶液(5.2.2.5)1~2 mL。继续滴定至蓝色消失为终点，同时作空白试验。

### 5.2.5 结果表示

金属物以锌(Zn)计含量( $X_2$ )以质量百分数表示，按式(2)计算：

$$X_2 = \frac{0.03269 \times C \cdot (V_0 - V_1)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中

$X_2$ —金属物以锌计之百分含量。以质量百分数表

C—硫代硫酸钠标准滴定溶液之物质的量浓度。mol / L；

$V_0$ —空白试验用硫代硫酸钠标准滴定溶液之用量。mL；

$V_1$ —滴定试样用硫代硫酸钠标准滴定溶液之用量。mL；

$m$ -试样质量·g;

0.03269-与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 ( $C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000\text{mol}/\text{l}$ ) 相当的以克表示的锌的质量.

### 5.3 氧化铅(以 Pb 计)含量测定

按下列的 A 法(氧化还原法)或 B 法(原子吸收光谱法)进行测定。

#### 5.3.1 A 法——氧化还原法

##### 5.3.1.1 试剂和材料

5.3.1.1.1 硝酸(GB 626): 优级纯, 稀释 1+1。

5.3.1.1.2 氢氧化钠溶液(GB 629): 优级纯, 100g/L. 按 GB 603 配制。

5.3.1.1.3 甲基橙指示剂: 1 g/l. 按 GB 603 配制。

5.3.1.1.4 冰乙酸溶液(GB 676): 2% (V/V). 按 GB 603 配制。

5.3.1.1.5 冰乙酸溶液(GB 676): 12% (V/V). 按 GB 603 配制。

5.3.1.1.6 铬酸钾溶液: 50 g/L. 按 GB 603 配制。

5.3.1.1.7 硝酸银溶液(GB 670): 10g/L, 按 GB 602 配制。

5.3.1.1.8 盐酸(GB 620): 优级纯, 稀释 1+1。

5.3.1.1.9 氯化钠饱和溶液(GB 1266)。

5.3.1.1.10 盐酸—氯化钠混合液

取氯化钠饱和溶液(5.3.1.1.9)100 mL, 加入盐酸(5.3.1.1.8)30ml 混匀。

5.3.1.1.11 碘比钾(GB 1272)。

5.3.1.1.12 硫代硫酸钠标准滴定溶液:  $C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.01\text{mol}/\text{l}$ . 按 GB601 配制与标定。

5.3.1.1.13 淀粉溶液: 5g/L. 按 GB 603 配制。

##### 5.3.1.2 仪器和设备

5.3.1.2.1 天平: 感量 0.1g.

5.3.1.2.2 烧杯: 300ml.

5.3.1.2.3 磨口锥形瓶.

5.3.1.2.4 电炉。

##### 5.3.1.3 分析步骤

###### 5.3.1.3.1 试样

称取试样 10g, 准确至 0.1 g。

###### 5.3.1.3.2 测定

将试样置于 300mL 烧杯中。先以少量水润湿。加入硝酸(5.2.1.1.1)40mL。溶解后, 再加入氢氧化钠溶液(5.3.1.1.2)中和至有白色悬浮状沉淀生成时。加入甲基橙指示剂(5.3.1.1.3)2 滴。再加入氢氧化钠溶液(5.3.1.1.2)中和至甲基橙由红色变为橙黄色 (pH=5) 时。再加冰乙酸溶液(5.3.1.1.5)酸化至 pH=3.5(用 0.5~5.5 精密 pH 试纸对照), 在搅拌下逐渐地加入铬酸钾溶液(5.3.1.1.6)5 mL。加热煮沸 5 min, 冷却, 待铬酸铅凝聚后过滤。滤纸上的沉淀先用冰乙酸溶液(5.3.1.1.4)30 mL 冲洗至滤液不呈黄色, 再用水洗至无铬酸根离子存在为止, (用硝酸银溶液(5.3.1.1.7)试验至无红色沉淀)。用热盐酸—氯化钠混合液

(5.3.1.1.10) 50 mL 将沉淀溶解于 300 mL 磨口锥形瓶中。先用热水后用冷水洗涤滤液至无铬酸根离子为止，然后加入碘化钾(5.3.1.1.11)0.5g。置于暗处 15min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液(5.3.1.1.12)滴定至淡黄色。再加淀粉溶液(5.3.1.1.13)2~3 mL，继续滴定至蓝色消失为终点。

#### 5.3.1.4 结果表示

氧化铅以铅(Pb)计含量( $X_3$ )以质量百分数表示，按式(5)计算：

$$X_3 = \frac{0.06906 \times C \cdot V}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中： $X_3$ ——氧化铅以铅计之百分含量，以质量百分数表示；

C——硫代硫酸钠标准滴定溶液之物质的量浓度，mol/l；

V——硫代硫酸钠标准滴定溶液之用量，mL；

m——试样的质量，g；

0.069 06——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液( $C(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$ )相当的以克表示的铅的质量。

#### 5.3.2 B法——原子吸收光谱法

按 GB 9723 中规定进行，试样量取 5 g。

#### 5.4 锰的氧化物(以 Mn 计)含量测定

按下列的 A 法(氧化还原法)或 B 法(原子吸收光谱法)进行测定。

##### 5.4.1 A法——氧化还原法

###### 5.4.1.1 试剂和材料

5.4.1.1.1 硝酸(GB 626)：优级纯。稀释 1+3。

5.4.1.1.2 硫酸(GB 625)：优级纯。

5.4.1.1.3 磷酸(GB 1282)：优级纯。

5.4.1.1.4 高碘酸钾：优级纯。

###### 5.4.1.1.5 锰标准溶液(甲)

准确称取 0.2749g 在 400—500℃灼烧至恒重的无水硫酸锰(优级纯)置于烧杯中，加入 100ml 水使其溶解，移入 1000ml 棕色容量瓶中稀释到刻度，摇匀。此溶液每毫升中含锰 0.1 mg。

锰标准溶液(乙)。

吸取锰标准溶液(甲)25mL，加入 250 mL 棕色容量瓶中。用水稀释至刻度。摇匀。此溶液中每毫升中含锰 0.01mg。本溶液需当天配制。

注：锰标准溶液用二次蒸馏水配制。

###### 5.4.1.2 仪器和设备

5.4.1.2.1 天平：感量 0.1g。

5.4.1.2.2 烧杯：100mL。

5.4.1.2.3 比色管：50 ml。

5.4.1.2.4 电炉。

###### 5.4.1.3 分析步骤

###### 5.4.1.3.1 试样

称取试样 5 g, 准确至 0.1 g.

#### 5.4.1.3.2 测定

将试样置于烧杯中. 加硝酸(5.4.1.1.1)25ml, 使其溶解. 再加入硫酸(5.4.1.1.2)5mL 及磷酸(5.4.1.1.3) mL. 然后将其煮沸 5min. 冷却后加入高碘酸钾(5.4.1.1.4)0.5g. 再煮沸 5~10min. 迅速冷却将其移 50ml 比色管中. 用水稀释至刻度. 供比色用. 另吸取锰标准溶液(5.4.1.1.5(乙)), 与试样同样处理. 然后进行比色. 当试样颜色不深于标准时. 即为合格.

锰标准溶液按下列数量吸取:

优级品: 吸取锰标准溶液(5.4.1.1.5(乙))0.5mL(相当于锰含量 0.0001%).

一级品: 吸取锰标准溶液(5.4.1.1.5(乙))0.5mL(相当于锰含量 0.0001%).

合格品: 吸取锰标准溶液(5.4.1.1.5(乙))1.5mL(相当于锰含量 0.0003%).

#### 5.4.2 B 法——原子吸收光谱法

按 GB 9723 中规定进行. 试样量取 5g.

#### 5.5 氧比铜(以 Cu 计)含量测定

按下列的 A 法(氧化还原法)或 B 法(原子吸收光谱法)进行测定.

##### 5.5.1 A 法——氧化还原法

###### 5.5.1.1 试剂和材料

5.5.1.1.1 硝酸(GB 626): 优级纯. 稀释 1+1.

5.5.1.1.2 氨水(GB 631): 优级纯, 稀释 1+1.

5.5.1.1.3 三氯甲烷(GB 682).

5.5.1.1.4 酚酞乙醇溶液: 10 g/L.

5.5.1.1.5 金属铜: 99.95%.

5.5.1.1.6 二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂)溶液: 1g/L.

准确称取铜试剂 0.1 g 溶于 100mL 二次蒸馏水中, 用时现配制.

5.5.1.1.7 柠檬酸三铵: 200 g/L.

提纯方法: 取 20%柠檬酸铵溶液 100 mL 放入 250 mL 分液漏斗中. 加酚酞(5.5.1.1.4)2 滴, 用 1:1 氢氧化铵中和至呈红色. 再过量 6 滴. 加铜试剂(5.5.1.1.6)10 mL. 加三氯甲烷(5.5.1.1.3)25mL. 盖紧瓶塞振荡 1min. 然后分离除去有机溶剂层. 再加三氯甲烷 10ml. 重复萃取. 直至有机溶剂层无色. 最后分离除去有机溶剂层. 将柠檬酸三铵溶液放入试剂瓶中备用.

###### 5.5.1.1.8 铜标准溶液(甲)

准确称取金属铜(5.5.1.1.5)0.1000g 放入 200mL 烧杯中. 加入硝酸(5.5.1.1.1)10mL 溶解, 加热驱除氮的氧化物, 取下放冷. 洗入 1 000ml 容量瓶中, 摇匀. 此溶液每毫升中含铜 0.1mg.

铜标准溶液(乙)

吸取铜标准溶液(甲): 5mL 于 500ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀. 此溶液每毫升中含铜 0.001g.

###### 5.5.1.2 仪器和设备

5.5.1.2.1 天平: 感量 0.1g.

5.5.1.2.2 烧杯: 100ml.

5.5.1.2.3 分液漏斗：250mL。

5.5.1.2.4 比色管：50 mL。

5.5.1.2.5 电炉。

5.5.1.3 分析步骤

5.5.1.3.1 试样

称取试样 2 g, 准确至 0.1 g。

5.5.1.3.2 测定

将试样置于烧杯中，用少量水润湿，加硝酸(5.5.1.1.1)10 mL 溶解，加热蒸发至约 5ml，冷却；洗入 250 ml 分液漏斗中，体积为 30 ml 左右。加柠檬酸三铵(5.5.1.1.7)40 ml。加酚酞(5.5.1.1.4)2 滴。再加氨水(5.5.1.1.2)中和至呈红色并过量 6 滴，加入铜试剂(5.5.1.1.6)10mL,；准确加入三氯甲烷(5.5.1.1.3)5mL。盖紧瓶塞。振荡 1min。待有机溶剂层分层后。将有机溶剂层移入 50ml 比色管中，供比色用。另吸取铜标准溶液：(5.5.1.1.8(乙))与试样同样处理，然后同试样进行比色。当试样之颜色不深于标准时。即为合格。

铜标准溶液按下列数量吸取：

优级品：吸取铜标准溶液(5.5.1.1.8(乙))4ml(相当于铜含量 0.0002%)。

一级品：吸取铜标准溶液(5.5.1.1.8(乙))8ml(相当于铜含量 0.0004%)。

合格品：吸取铜标准溶液(5.5.1.1.8(乙))10ml(相当于铜含量 0.0005%)。

5.5.2 B 法——原子吸收光谱法

按 GB 9723 中规定进行，试样量取 5g。

5.6 盐酸不溶含量的测定

5.6.1 试剂和材料

5.6.1.1 盐酸(GB 622)：优级纯，稀释 1+1。

5.6.1.2 硝酸银(GB 670)：10g / L, 按 GB 603 配制。

5.6.2 仪器和设备

5.6.2.1 天平：感量 0.1 g；0.000 1 g。

5.6.2.2 烧杯：300 mL。

5.6.2.3 坩埚。

5.6.2.4 电炉。

5.6.2.5 滤纸：定量滤纸。

5.6.2.6 干燥器。

5.6.2.7 高温炉：800℃。

5.6.3 分析步骤

5.6.3.1 试样

称取试样 30g, 准确至 0.1g。

5.6.3.2 测定

将试样置于烧杯中，用少量水润湿，加入盐酸(5.6.1.1)200 mL。加热溶解后用定量滤纸过滤，渣用水



洗至无氯离子为止[用硝酸银溶液(5.6.1.2)试验,应不呈混浊,将滤纸移入已恒重的坩埚中,使滤纸全部炭化后,移入高温炉中,在800℃灼烧30min,取出坩埚,移入干燥器中,冷却至室温后称至恒重。

#### 5.6.4 结果表示

盐酸不溶物含量(X<sub>1</sub>)以质量百分数表示,按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中

X<sub>1</sub>-盐酸不溶物之百分含量,以质量百分数表示;

M<sub>0</sub>-坩埚及盐酸不溶物的总质量, g;

M<sub>1</sub>-坩埚的质量, g;

m-试样的质量, g。

#### 5.7 灼烧减量的测定

##### 5.7.1 仪器和设备

5.7.1.1 天平:感量0.000 1 g

5.7.1.2 坩埚

5.7.1.3 高温炉:800~850℃。

5.7.1.4 干燥器

##### 5.7.2 分析步骤

###### 5.7.2.1 试样

称取预先干燥(105~110℃)的试样2~3g,准确至0.0002 g。

###### 5.7.2.2 测定

将试样置于已恒重的坩埚中,于高温炉中在800~850℃灼烧2 h。然后取出坩埚移至干燥器中,冷却至室温称量(称准至0.0002 g),直至恒重。

##### 5.7.3 结果表示

灼烧减量(X<sub>5</sub>)以质量百分数表示,按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m_0 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

X<sub>5</sub>-灼烧减量之百分含量,以质量百分数表示;

M<sub>0</sub>-试样与坩埚灼烧前的质量, g;

M<sub>1</sub>-试样与坩埚灼烧后的质量, g;

m-试样的质量, g。

#### 5.8 筛余物的测定

按GB1715中的甲法进行。

#### 5.9 水溶物的测定

按GB 5211.2中的规定进行。

#### 5.10 105℃挥发物的测定

按GB 5211.3中的规定进行。



### 5.11 吸油量的测定

按 GB5211.15 中的规定进行。

### 5.12 颜色的比较

按 GB 1864 中的规定进行。试样量取 2g 精制亚麻仁油第一次加 0.7mL 研磨 200 转 (50×4) 后再补加 0.7mL 研磨 25 转。

### 5.13 消色力的比较

按 GB5211.16 中的规定进行。

## 6 检验规则

氧化锌产品应由主产厂质量监督部门负责检验,生产厂应保证所有出厂的氧化锌产品质量符合本标准的技术要求,每一批出厂的氧化锌应附有产品的合格证书。

6.2 每批产品出厂均需逐项按本标准规定的试验方法进行检验。

6.3 取样方法:按 GB 9285 中有关规定进行。

6.4 使用单位有权按本标准所规定的技术要求和试验方法对所收到的产品进行检验,如检验结果不符合本标准规定时,应自原批号中按 6.3 的规定加倍抽样进行复验,复验结果仍不符合本标准规定时,刚整批产品即为不合格品。

6.5 如双方对复验结果有异议而需进行仲裁时,仲裁机构由双方协议选定。

## 7 标志、包装、运输、贮存

### 7.1 标志

包装上应有明显标志,包括生产厂名、产品名称、商标、标准号、生产批号、型号、等级以及净重等,并附有质量合格证。

### 7.2 包装

氧化锌用塑料编织袋内衬塑料薄膜或防水纸袋包装,每袋净重 25kg 或 50kg。

### 7.3 运输

运输装卸时要求轻装、轻卸,应防止碰撞和破裂,按运输有关规定进行。

### 7.4 贮存

氧化锌贮存于干燥通风处,严禁与酸、碱物品接触,按上述贮存条件。自生产日期未拆封的氧化锌有效贮存期为半年。期满后按本标准各条规定逆行检验,如达到本标准各项要求时,可继续使用。