



中华人民共和国国家标准

GB/T 3185—2016
代替 GB/T 3185—1992

氧化锌(间接法)

Zinc oxide (Indirect method)

2016-12-30 发布

2017-07-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 3185—1992《氧化锌(间接法)》，与 GB/T 3185—1992 相比，主要技术变化如下：

- 删除了范围中产品的应用领域(1992 年版第 1 章)；
- 增加了规范性引用文件“GB/T 602、GB/T 3186、GB/T 8170、GB/T 19587—2004、GB/T 5211.18”(见第 2 章,1992 年版第 2 章)；
- 删除了规范性引用文件“GB 1715、GB 9285”(1992 年版第 2 章)；
- 修改了“分子式和相对分子质量”章编号(见第 3 章,1992 年版第 1 章)；
- 删除了“产品分类”章的内容(1992 年版第 3 章)；
- 修改了产品的分类方式,由按用途分类改为按性能分类(见第 4 章,1992 年版第 4 章)；
- 修改了产品的技术要求,按新的产品类型规定了技术指标(见第 4 章,1992 年版第 4 章)；
- 增加了镉(Cd)含量、铁(Fe)含量、比表面积项目及指标(见第 4 章)；
- 修改了灼烧减量项目名称,由“灼烧减量”改为“灼烧损失”(见第 4 章和 6.6,1992 年版第 4 章和 5.7)；
- 增加了“取样”(见第 5 章)；
- 删除了氧化还原法测定氧化铅(以 Pb 计)含量、锰的氧化物(以 Mn 计)含量、氧化铜(以 Cu 计)含量的试验方法(1992 年版 5.3.1、5.4.1 和 5.5.1)；
- 增加了盐酸不溶物、灼烧损失项目平行测定相对偏差要求(见 6.5.4 和 6.6.3,1992 年版 5.6.4 和 5.7.3)；
- 增加了镉(Cd)含量、铁(Fe)含量、比表面积项目试验方法(见 6.13、6.14 和 6.15)；
- 修改了产品有效贮存期,由“半年”改为“12 个月”(见第 8 章,1992 年版第 7 章)。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国涂料和颜料标准化技术委员会(SAC/TC 5)归口。

本标准起草单位:上海京华化工厂有限公司、中海油常州涂料化工研究院有限公司、潍坊龙达锌业有限公司、杭州广恒锌业有限公司、江苏天力锌业有限公司、山东海化金钟锌业有限公司、大连金石氧化锌有限公司。

本标准主要起草人:王瑞强、沈苏江、王彦龙、徐增富、徐晓英、杨世荣、王鹤程。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 3185—1982、GB/T 3185—1992。

氧化锌(间接法)

1 范围

本标准规定了间接法氧化锌的要求、取样、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存等内容。
本标准适用于间接法制得的氧化锌。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1864—2012 颜料和体质颜料通用试验方法 颜料颜色的比较

GB/T 3186 色漆、清漆和色漆与清漆用原材料 取样

GB/T 5211.2—2003 颜料水溶物测定 热萃取法

GB/T 5211.3—1985 颜料在 105 °C 挥发物的测定

GB/T 5211.15—2014 颜料和体质颜料通用试验方法 第 15 部分:吸油量的测定

GB/T 5211.16—2007 白色颜料消色力的比较

GB/T 5211.18—2015 颜料和体质颜料通用试验方法 第 18 部分:筛余物的测定 水法(手工操作)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 19587—2004 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

3 分子式和相对分子质量

分子式:ZnO

相对分子质量:81.38(按 2010 年国际相对原子质量)

4 要求

产品应符合表 1 的要求。

表 1 要求

项目	指标		
	I 型	II 型	III 型
外观	白色粉末		
氧化锌含量(以干品计), $w/\%$	≥ 99.70	99.70	99.50
金属物含量(以 Zn 计), $w/\%$	\leq 无	无	0.008
盐酸不溶物, $w/\%$	≤ 0.006	0.008	0.03
灼烧损失, $w/\%$	≤ 0.20	0.20	0.25
筛余物(45 μm 试验筛), $w/\%$	≤ 0.10	0.15	0.20
水溶物, $w/\%$	≤ 0.10	0.10	0.15
105 $^{\circ}\text{C}$ 挥发物, $w/\%$	≤ 0.3	0.4	0.5
铅(Pb)含量, $w/\%$	$\leq 0.008\ 0$	0.05	0.10
铜(Cu)含量, $w/\%$	$\leq 0.000\ 2$	0.000\ 4	0.000\ 7
锰(Mn)含量, $w/\%$	$\leq 0.000\ 1$	0.000\ 1	0.000\ 3
镉(Cd)含量, $w/\%$	$\leq 0.002\ 0$	0.005\ 0	0.010
铁(Fe)含量, $w/\%$	$\leq 0.005\ 0$	0.010	—
比表面积/(m^2/g)	商定		—
吸油量 ^a /($\text{g}/100\ \text{g}$)	商定		
颜色 ^a	商定		
消色力 ^a	商定		
^a 仅限作颜料用途的氧化锌(间接法)产品。			

5 取样

按 GB/T 3186 的规定取样,也可按商定方法取样。取样量根据检验需要确定。

6 试验方法

警示——试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎!必要时,需在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

6.1 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

6.2 外观

在自然光下,将样品置于白色衬底的表面皿或白瓷板上目视观察。

6.3 氧化锌含量(以干品计)的测定

6.3.1 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。

6.3.2 试剂和材料

6.3.2.1 盐酸溶液:优级纯,稀释 1+1。

6.3.2.2 氨水:优级纯。

6.3.2.3 氨水溶液:优级纯,稀释 1+1。

6.3.2.4 氯化铵:优级纯。

6.3.2.5 缓冲溶液(pH=10):称取 54 g 氯化铵(见 6.3.2.4)溶于 200 mL 水中,加 350 mL 氨水(见 6.3.2.2)再继续用水稀释至 1 000 mL。

6.3.2.6 铬黑 T 指示剂:5 g/L。

6.3.2.7 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

6.3.3 仪器和设备

6.3.3.1 天平:精度 0.1 mg。

6.3.3.2 锥形瓶:500 mL。

6.3.3.3 烘箱:能维持温度 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

6.3.3.4 电炉。

6.3.4 分析步骤

6.3.4.1 试样

称取预先在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 下干燥 1 h 的试样 0.13 g~0.15 g,精确至 0.1 mg。

6.3.4.2 测定

将试样置于 500 mL 锥形瓶中,加少量水润湿,加盐酸溶液(见 6.3.2.1)3 mL 加热溶解后,加水至 200 mL,用氨水溶液(见 6.3.2.3)中和至 pH 约 7~8(有氢氧化锌沉淀生成),再加缓冲溶液(见 6.3.2.5)10 mL 和铬黑 T 指示剂(见 6.3.2.6)5 滴,用 EDTA 标准滴定溶液(见 6.3.2.7)滴定至溶液由葡萄紫色变为蓝色即为终点。

6.3.5 结果的表示

氧化锌(ZnO)含量(质量分数) $w(\%)$,按式(1)计算:

$$w = \frac{c \times V \times 0.08138}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——EDTA 标准滴定溶液(见 6.3.2.7)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定所消耗的 EDTA 标准滴定溶液(见 6.3.2.7)的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g);

0.08138 ——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 $[c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}]$ 相当的以克表示的氧化锌的质量。

如果两次平行测定结果之差大于 0.1%,则应重新进行测定。

计算两次平行测定的平均值,结果精确至 0.01%。

注:当产品中含有干扰元素(如钙、镁等)时,本方法不适用,测定方法由供需双方协商确定。

6.4 金属物含量(以 Zn 计)的测定

6.4.1 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。

6.4.2 试剂和材料

6.4.2.1 盐酸溶液:优级纯,稀释 1+1。

6.4.2.2 盐酸溶液:优级纯,稀释 1+3。

6.4.2.3 碘标准溶液: $c\left(\frac{1}{2}I_2\right)=0.05\text{ mol/L}$ 。

6.4.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.05\text{ mol/L}$ 。

6.4.2.5 淀粉溶液:5 g/L。

6.4.3 仪器和设备

6.4.3.1 天平:精度 0.1 g。

6.4.3.2 烧杯:400 mL。

6.4.3.3 碘量瓶:500 mL。

6.4.3.4 移液管:25 mL。

6.4.4 分析步骤

6.4.4.1 试样

称取试样约 30 g、10 g,精确至 0.1 g。

6.4.4.2 测定

定性试验:将 30 g 试样置于 400 mL 烧杯中,以少量水润湿,加盐酸溶液(见 6.4.2.1)200 mL,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 10 g 试样置于装有玻璃球的 500 mL 碘量瓶中,以水润湿。用移液管加入碘标准溶液(见 6.4.2.3)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,然后徐徐加入盐酸溶液(见 6.4.2.2)50 mL,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(见 6.4.2.4)滴定,待溶液变为淡黄色,加入淀粉溶液(见 6.4.2.5)1 mL~2 mL,溶液变为淡蓝色,继续滴定至蓝色消失为终点,同时作空白试验。

6.4.5 结果的表示

金属物含量(以 Zn 计)(质量分数) $w(\%)$,按式(2)计算:

$$w = \frac{0.032\ 69 \times c \times (V_0 - V_1)}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液(见 6.4.2.4)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

- V_0 ——空白试验所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液(见 6.4.2.4)的体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——滴定试样所消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液(见 6.4.2.4)的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- 0.032 69——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液[$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=1.000 \text{ mol/L}$]相当的以克表示的锌的质量。

6.5 盐酸不溶物的测定

6.5.1 试剂和材料

- 6.5.1.1 盐酸溶液:优级纯,稀释 1+1。
- 6.5.1.2 硝酸银溶液:10 g/L。
- 6.5.1.3 滤纸:定量滤纸。

6.5.2 仪器和设备

- 6.5.2.1 天平:精度 0.1 g、0.1 mg。
- 6.5.2.2 烧杯:300 mL。
- 6.5.2.3 坩埚。
- 6.5.2.4 电炉。
- 6.5.2.5 滤纸:定量滤纸。
- 6.5.2.6 干燥器。
- 6.5.2.7 高温炉:能维持在温度 800 °C~850 °C 范围内。

6.5.3 分析步骤

6.5.3.1 试样

称取试样约 30 g,精确至 0.1 g。

6.5.3.2 测定

将试样置于烧杯中,用少量水润湿,加入盐酸溶液(见 6.5.1.1)200 mL,加热溶解后用定量滤纸过滤,残渣用水洗至无氯离子为止[用硝酸银溶液(见 6.5.1.2)试验,应不呈浑浊],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 °C~850 °C 下灼烧 30 min,取出坩埚,移入干燥器中,冷却至室温后称量,直至恒重。

6.5.4 结果表示

盐酸不溶物(质量分数) $w(\%)$,按式(3)计算:

$$w = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- m_1 ——坩埚及盐酸不溶物的总质量,单位为克(g);
- m_0 ——坩埚的质量,单位为克(g);
- m ——试样的质量,单位为克(g)。

结果取两次平行测定结果的算术平均值,平行测定结果的相对偏差应不大于 10%。

6.6 灼烧损失的测定

6.6.1 仪器和设备

6.6.1.1 天平:精度 0.1 mg。

6.6.1.2 坩埚。

6.6.1.3 高温炉:能维持在温度 800 °C~850 °C 范围内。

6.6.1.4 干燥器。

6.6.2 分析步骤

6.6.2.1 试样

称取预先在(105±2)°C干燥的试样 2 g~3 g,精确至 0.1 mg。

6.6.2.2 测定

将试样置于已恒重的坩埚中,于高温炉中在 800 °C~850 °C 下灼烧 2 h,然后取出坩埚移至干燥器中,冷却至室温称量(精确至 0.1 mg),直至恒重。

6.6.3 结果表示

灼烧损失(质量分数) $w(\%)$,按式(4)计算:

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

式中:

m_0 ——试样与坩埚灼烧前的质量,单位为克(g);

m_1 ——试样与坩埚灼烧后的质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

结果取两次平行测定结果的算术平均值,平行测定结果的相对偏差应不大于 10%。

6.7 筛余物的测定

按 GB/T 5211.18—2015 中的规定进行,试样量取 10 g。

6.8 水溶物的测定

按 GB/T 5211.2—2003 中的规定进行,试样量取 10 g。

6.9 105 °C 挥发物的测定

按 GB/T 5211.3—1985 中的规定进行,试样量取 5 g。

6.10 铅(Pb)含量的测定

6.10.1 仪器条件

仪器条件如下:

——光源:铅空心阴极灯;

——波长:283.3 nm;

——火焰:乙炔-空气。

6.10.2 测定方法

称取 5 g 样品,用少量水润湿,滴加盐酸溶液(20%)至样品溶解,稀释至 250 mL。取 25 mL,共四份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

6.11 铜(Cu)含量的测定

6.11.1 仪器条件

仪器条件如下:

- 光源:铜空心阴极灯;
- 波长:324.7 nm;
- 火焰:乙炔-空气。

6.11.2 测定方法

称取 5 g 样品,用少量水润湿,滴加盐酸溶液(20%)至样品溶解,稀释至 250 mL。取 25 mL,共四份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

6.12 锰(Mn)含量的测定

6.12.1 仪器条件

仪器条件如下:

- 光源:锰空心阴极灯;
- 波长:279.5 nm;
- 火焰:乙炔-空气。

6.12.2 测定方法

称取 5 g 样品,用少量水润湿,滴加盐酸溶液(20%)至样品溶解,稀释至 250 mL。取 25 mL,共四份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

6.13 镉(Cd)含量的测定

6.13.1 仪器条件

仪器条件如下:

- 光源:镉空心阴极灯;
- 波长:228.8 nm;
- 火焰:乙炔-空气。

6.13.2 测定方法

称取 5 g 样品,用少量水润湿,滴加盐酸溶液(20%)至样品溶解,稀释至 250 mL。取 25 mL,共四份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

6.14 铁(Fe)含量的测定

6.14.1 仪器条件

仪器条件如下:

GB/T 3185—2016

——光源:铁空心阴极灯;

——波长:248.3 nm;

——火焰:乙炔-空气。

6.14.2 测定方法

称取 5 g 样品,用少量水润湿,滴加盐酸溶液(20%)至样品溶解,稀释至 250 mL。取 25 mL,共四份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 GB/T 9723—2007 中 7.2.3 的规定计算。

注:铅(Pb)、铜(Cu)、锰(Mn)、镉(Cd)、铁(Fe)含量也可使用其他合适的分析仪器如电感耦合等离子体原子发射光谱仪(ICP-OES),根据仪器制造商的相关说明进行测试得到。

6.15 比表面积的测定

称取适量试样,精确至 0.000 2 g,置于样品管中,在 70 °C 下脱气 4 h,置于比表面积测定仪上,按 GB/T 19587—2004 的规定进行测定,结果按 BET 方程计算。

6.16 吸油量

按 GB/T 5211.15—2014 中的规定进行,试样量取 10 g。

6.17 颜色

按 GB/T 1864—2012 中的规定进行。

6.18 消色力

按 GB/T 5211.16—2007 中的规定进行。

7 检验规则

7.1 检验分类

7.1.1 产品检验分为出厂检验和型式检验。

7.1.2 出厂检验项目包括外观、氧化锌含量(以干品计)、金属物含量(以 Zn 计)、盐酸不溶物、灼烧损失、筛余物、水溶物、105 °C 挥发物、铅(Pb)含量、铜(Cu)含量、锰(Mn)含量、镉(Cd)含量、铁(Fe)含量共 13 个项目。

7.1.3 型式检验项目包括本标准所列的全部技术要求。在正常生产情况下每 6 个月至少进行一次型式检验。

7.2 检验结果的判定

7.2.1 检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法的规定进行。

7.2.2 所有项目的检验结果均达到本标准要求时,该试验样品为符合本标准要求。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

产品包装上应印有牢固、清晰的标志,包括生产厂名称、厂址、产品名称、注册商标、标准编号、净含量、产品型号、保质期等,并附有产品质量合格证,标明生产批号或生产日期。

8.2 包装

产品采用双层包装,内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,外包装采用塑料编织袋。包装内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,或用与其相当的其他方式封口;外袋采用缝包机缝合,缝合牢固,无漏缝或跳线现象。也可根据用户的要求进行包装。

8.3 运输

运输、装卸时要求轻装、轻卸,应防止碰撞和破裂。在运输过程中,防止雨淋、受热、受潮。严禁与碱类及酸类物品混运。

8.4 贮存

产品应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内,防止雨淋、受潮。严禁与碱类及酸类物品混贮。在符合本标准规定的包装、运输和贮存条件下,自生产日期起未拆封的氧化锌有效贮存期为 12 个月。期满后按本标准规定进行检验,如达到本标准各项要求时,可继续使用。

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

氧化锌(间接法)

GB/T 3185—2016

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2017年1月第一版

*

书号: 155066 · 1-55190

版权专有 侵权必究



GB/T 3185-2016