

ICS 71.060.50

G 12

备案号:37844—2013

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4321—2012

## 高界面氧化锌技术条件和分析方法

Technical specifications and test methods for high interfacial zinc oxide

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准主要起草单位：洛阳市蓝天化工厂、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人：沈坤照、黄利炫、夏俊玲。

高界面氧化锌技术条件和分析方法

1 范围

本标准规定了高界面氧化锌的技术要求、检验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于用作橡胶的硫化活性剂、补强剂、着色剂,氯丁橡胶硫化剂及增加导热性能的配合剂的高界面氧化锌。

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,仅所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 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示方法和判定

GB/T 19587—2004 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

GB/T 23768—2009 无机化工产品 火焰原子吸收光谱法通则

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分:制剂及制品的制备

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

4.1 外观:白色或淡黄色粉末。

4.2 高界面氧化锌按本标准的试验方法检测应符合表1的技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标
氧化锌(ZnO)w/%	≥60
105℃挥发物 w/%	≤0.8
铜(Cu)w/%	≤0.000 5
锰(Mn)w/%	≤0.002
铅(Pb)w/%	≤0.005
比表面积/(m <sup>2</sup> /g)	≥75
电镜平均粒径/nm	≤50

5 试验方法

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。挥发性有机溶剂大部分有害人体健康且易燃,操作时应在通风橱中进行,并防止与明火接触。

5.2 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 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观检验

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

5.4 氧化锌含量的测定

5.4.1 方法提要

在酸性条件下,以二苯胺为指示液,用亚铁氰化钾标准滴定溶液滴定至溶液由蓝紫色变为黄绿色为终点。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.4.2.2 硫酸溶液:1+3。

5.4.2.3 氨水溶液:2+3。

5.4.2.4 硫酸铵溶液:250 g/L。

5.4.2.5 二苯胺指示液:10 g/L;

称取 1.0 g 二苯胺,在搅拌下溶解于 100 mL 浓硫酸中。

5.4.2.6 亚铁氰化钾标准滴定溶液: $c[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6] \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.6.1 配制

称取 21.6 g 亚铁氰化钾、0.6 g 铁氰化钾及 0.2 g 无水碳酸钠于 400 mL 的烧杯中,加水溶解后,用水稀释至 1 000 mL,置于棕色瓶中,放置一周后用玻璃砂坩埚(滤板孔径为:5 μm~15 μm)过滤,标定。亚铁氰化钾标准滴定溶液,在夏季每周至少标定一次,冬季每月至少标定一次,溶液中如有沉淀产生时,必须重新过滤、标定。

5.4.2.6.2 标定

称取约 1.7 g 于 800 °C 灼烧至质量恒定的基准氧化锌,精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 烧杯中,用少许水湿润,加 10 mL 盐酸溶液,加 50 mL 水,搅拌至全部溶解,移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 25 mL 上述溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加 70 mL 水。滴加氨水溶液至白色胶状沉淀刚好产生,加入 20 mL 硫酸铵溶液及 20 mL 硫酸溶液,加热至 75 °C~80 °C,用亚铁氰化钾标准滴定溶液滴定。近终点时加入 2 滴~3 滴二苯胺指示液。当滴定至溶液的蓝紫色突变至黄绿色,并在 30 s 内不再反复蓝紫色时即为终点,终点时溶液温度不得低于 60 °C。

同时同样做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与试验溶液相同。

5.4.2.6.3 计算

亚铁氰化钾标准滴定溶液浓度的准确数值  $c$ ,单位为摩尔每升(mol/L),按式(1)计算:

$$c = \frac{m \times 25 / 250}{(V - V_0) M \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$V$ ——滴定试验溶液所消耗的亚铁氰化钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——滴定空白试验溶液所消耗的亚铁氰化钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$m$ ——称取基准氧化锌质量的数值,单位为克(g);

$M$ ——氧化锌( $3/2 \text{ ZnO}$ )的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=122.07$ )。

标定标准滴定溶液浓度时需由两人同时做三次平行实验。每人三次平行测定结果的相对极差与平行均值之比不得大于 0.2%,两人测定结果平均值差不得大于 0.2%。结果取平均值,浓度值取四位有效数字。

#### 5.4.3 分析步骤

##### 5.4.3.1 试验溶液的制备

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中。用少许水湿润,加 10 mL 盐酸溶液,加 50 mL 水,加热至试样全部溶解,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀(必要时,用中速定性滤纸进行干过滤,弃去约 50 mL 前滤液,收集滤液)。

##### 5.4.3.2 测定

用移液管移取 20 mL 试验溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水,以下操作按第 5.4.2.6.2 条所述,从“滴加氨水至白色胶状沉淀刚好产生……”开始操作。

同时做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与试验溶液相同。

##### 5.4.3.3 结果计算

氧化锌含量以氧化锌( $\text{ZnO}$ )的质量分数  $w_1$  计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m \times 20/250} \times 100 \quad (2)$$

式中:

$V$ ——滴定试验溶液消耗亚铁氰化钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——滴定空白试验溶液消耗亚铁氰化钾滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——亚铁氰化钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$m$ ——试样质量的数值,单位为克(g);

$M$ ——氧化锌( $3/2 \text{ ZnO}$ )的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M=122.07$ )。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

#### 5.5 105℃挥发物含量的测定

##### 5.5.1 方法提要

在 105℃±2℃ 的温度下,将试样干燥至质量恒定,根据试样干燥后减少的质量,计算挥发物含量。

##### 5.5.2 仪器、设备

###### 5.5.2.1 称量瓶:φ50 mm×25 mm。

###### 5.5.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105℃±2℃。

##### 5.5.3 分析步骤

用已预先在 105℃±2℃ 下恒重的称量瓶称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于电热恒温干燥箱中,于 105℃±2℃ 下干燥至质量恒定。

##### 5.5.4 结果计算

105℃挥发物含量以质量分数  $w_2$  计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad (3)$$

式中:



$m$ ——干燥前试料质量的数值,单位为克(g);

$m_1$ ——干燥后试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03 %。

5.6 铜含量的测定

5.6.1 方法提要

从光源辐射出待测元素的特征波长的电磁辐射(光),通过火焰原子化系统产生的样品蒸气时,被蒸气中待测元素的基态原子吸收。在一定的试验条件下,吸光度值与试样中待测元素的浓度关系符合朗伯-比尔定律: $A = \lg \frac{\phi_0}{\phi_{tr}} = Klc$  ( $A$  为吸光度; $\phi_0$  为入射光通量; $\phi_{tr}$  为透射光通量; $K$  为吸收系数; $l$  为吸收光程长度; $c$  为待测元素的浓度)。

当吸收光程长度  $l$  与吸收系数  $K$  一定时,吸光度  $A$  与试样中待测元素的浓度  $c$  成正比。利用此定律可进行定量分析。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.6.2.2 铜标准溶液:1 mL 溶液含铜(Cu)0.1 mg;

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铜标准溶液于 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.6.2.3 二级水:符合 GB 6682 中的规定。

5.6.3 仪器

原子吸收分光光度计:配有铜空心阴极灯。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约 50 g 试样,精确至 0.01 g。置于 250 mL 烧杯中。加少量二级水润湿,加 200 mL 盐酸溶液,加热使其全部溶解。转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于铜、锰、铅含量的原子吸收法测定。

5.6.4.2 空白溶液的制备

在 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 的盐酸溶液,用二级水稀释至刻度,摇匀。

5.6.4.3 测定

用移液管分别移取 25 mL 试验溶液 A,置于 4 个 100 mL 容量瓶中,再分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 铜标准溶液,以下按 GB/T 23768—2009 中“7.5.2 标准加入法”进行操作。使用空气-乙炔火焰,在 324.7 nm 波长处,用空白试验溶液调零,测量吸光度。以铜的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交处,即为所测试验溶液中铜的质量。

5.6.5 结果计算

铜含量以铜(Cu)的质量分数  $w_3$  计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 25/500} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$m_1$ ——从曲线上查出的试验溶液中铜的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 2 %。

5.7 锰含量的测定

5.7.1 方法提要

同 5.6.1。

## 5.7.2 试剂

### 5.7.2.1 锰标准溶液:1 mL 溶液含锰(Mn)0.05 mg;

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锰标准溶液于 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

### 5.7.2.2 二级水:符合 GB 6682 中的规定。

## 5.7.3 仪器

原子吸收分光光度计:配有锰空心阴极灯。

## 5.7.4 分析步骤

用移液管分别移取 10 mL 试验溶液 A,置于 4 个 100 mL 容量瓶中,再分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 锰标准溶液,以下按 GB/T 23768—2009 中“7.5.2 标准加入法”进行操作。使用空气-乙炔火焰,在 279.5 nm 波长处,用空白试验溶液调零,测量吸光度。以锰的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交处,即为所测试验溶液中锰的质量。

## 5.7.5 结果计算

锰含量以锰(Mn)的质量分数  $w_4$  计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 10/500} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$m_1$ ——从曲线上查出的试验溶液中锰的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 2 %。

## 5.8 铅含量的测定

### 5.8.1 方法提要

同 5.6.1。

## 5.8.2 试剂

### 5.8.2.1 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液于 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

### 5.8.2.2 二级水:符合 GB 6682 中的规定。

## 5.8.3 仪器

原子吸收分光光度计:配有铅空心阴极灯。

## 5.8.4 分析步骤

### 5.8.4.1 玻璃仪器的清洗

所用玻璃仪器均用硝酸溶液(1+1)浸泡过夜,用自来水反复冲洗,最后用二级水冲洗干净。

### 5.8.4.2 测定

用移液管分别移取 25 mL 试验溶液 A,置于 4 个 100 mL 容量瓶中,再分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 铅标准溶液,以下按 GB/T 23768—2009 中“7.5.2 标准加入法”进行操作。使用空气-乙炔火焰,在 283.3 nm 波长处,用空白试验溶液调零,测量吸光度。以铅的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交处,即为所测试验溶液中铅的质量。

## 5.8.5 结果计算

铅含量以铅(Pb)的质量分数  $w_5$  计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 25/500} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

$m_1$ ——由曲线上查出的试验溶液中铅的质量的数值，单位为毫克(mg)；

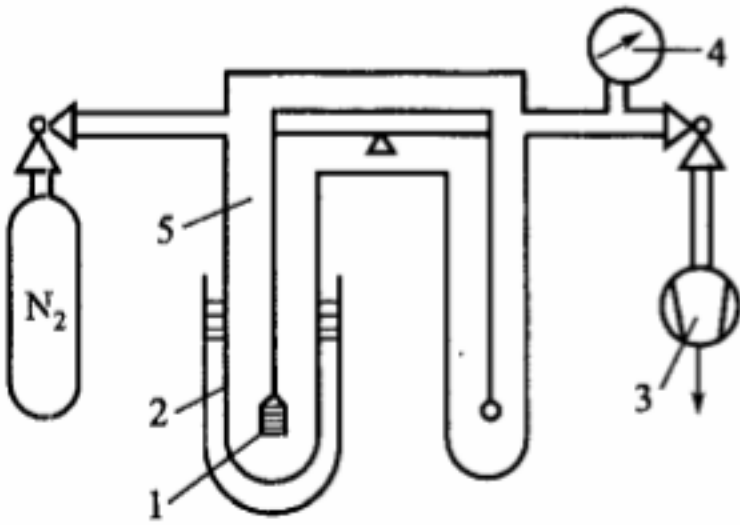
$m$ ——试料质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.002 %。

5.9 比表面积测定

5.9.1 仪器

使用重量法测定仪。仪器的原理示意图见图 1。通常采用弹簧天平或电子天平来称量被吸附物的重量。



- 1——样品；
- 2——盛有液氮的杜瓦瓶；
- 3——真空系统；
- 4——压力计；
- 5——天平。

图 1 重量法比表面积测定仪

5.9.2 分析步骤

称取适量试样，精确至 0.000 2 g，置于样品管中，在 70 ℃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。

5.10 电镜平均粒径的测定

5.10.1 试剂

乙醇溶液：1+1。

5.10.2 仪器

5.10.2.1 扫描电子显微镜。

5.10.2.2 超声波分散仪。

5.10.3 分析步骤

取少量试样，以乙醇溶液作溶剂，经超声波分散仪分散后，取 1 滴~2 滴于制样薄膜上，烘干后，置于扫描电子显微镜的样品台上，在约 10 万放大倍数下，选择颗粒明显、均匀和集中的区域，拍摄电子显微镜照片。在照片上用纳米标尺测量不少于 100 个颗粒中每个颗粒的长径和短径(可用计算机软件进行统计处理)，取算术平均值。

5.10.4 结果计算

电镜平均粒径以  $D$  计，数值以纳米(nm)表示，按式(7)计算：

$$D = \frac{\sum (d_1 + d_2)}{2n} \dots\dots\dots (7)$$

式中：

$d_1$ ——微粒的长径，单位为纳米(nm)；

$d_2$ ——微粒的短径，单位为纳米(nm)；

$n$ ——量取微粒的个数。



## 6 检验规则

### 6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

#### 6.1.1 型式检验

要求中规定的所有指标项目为型式检验项目,在正常生产情况下,每三个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时,必须进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

#### 6.1.2 氧化锌含量、105℃挥发物含量、铜含量、锰含量、铅含量、比表面积六项指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

### 6.2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的产品为一批,每批产品不超过 30 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插至料层深度的四分之三料层深处,每袋中至少采取 100 g 样品。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品,另一份保存备查,保存时间由生产企业根据实际情况自行确定。

### 6.4 生产厂应保证所有出厂的高界面氧化锌都符合本标准的要求。

6.5 检验结果如有指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验。复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

### 6.6 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判断检验结果是否符合标准。

## 7 标志、标签

7.1 高界面氧化锌包装上应有牢固清晰的标志,内容包括生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的高界面氧化锌都应附有质量证明书。内容包括生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

## 8 包装、运输、贮存

8.1 高界面氧化锌产品采用双层包装,内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,外包装采用聚丙烯塑料编织袋。内包装袋采用热合压制;外包装袋应牢固缝合,无漏缝或跳线现象。每袋净含量为 20 kg 或 25 kg,也可根据用户要求的规格进行包装。

8.2 高界面氧化锌在运输过程中应有遮盖物,防止污染、破损,防止雨淋、受潮。严禁与碱类及酸类物品混运。

8.3 高界面氧化锌应贮存在通风、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。

8.4 在符合本标准贮存运输条件下,从出厂日期起,高界面氧化锌产品保质期为 24 个月。

中华人民共和国  
化工行业标准  
高界面氧化锌技术条件和分析方法  
HG/T 4321—2012

出版发行：化学工业出版社  
(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)  
化学工业出版社印刷厂  
880mm×1230mm 1/16 印张3/4 字数16千字  
2013年2月北京第1版第1次印刷  
书号：155025·1359

---

购书咨询：010-64518888  
售后服务：010-64518899  
网址：<http://www.cip.com.cn>  
凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

---

定价：12.00元 版权所有 违者必究