

ICS 71.040.30
G 62
备案号:34519—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2890—2011
代替 HG/T 2890—1997

化学试剂 氧化锌

Chemical reagent—Zinc oxide

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准代替 HG/T 2890—1997《化学试剂 氧化锌》，与 HG/T 2890—1997 相比主要变化如下：

- 澄清度试验的规格由“合格”调整为“3 号”、“5 号”(1997 年版的第 4 章,本版的第 4 章)；
- 增加了钠、镁、钾、钙四项规格及测定方法(本版的第 4 章、5.11、5.12、5.13、5.14)；
- 调整了硫化物测定中化学纯的取样量(1997 年版的 5.6,本版的 5.8)；
- 修改了锰的测定方法(1997 年版的 5.8,本版的 5.15)；
- 修改了铁的测定方法(1997 年版的 5.9,本版的 5.16)；
- 取消了硫化铵不沉淀物(1997 年版的第 4 章、5.13)。

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化学试剂分会(SAC/TC63/SC3)归口。

本标准负责起草单位：汕头市西陇化工厂有限公司。

本标准参加起草单位：广东省汕头市质量计量监督检测所。

本标准主要起草人：余辣娇、王军波、余少丹、陈敏。

本标准于 1997 年首次发布。

化学试剂 氧化锌

分子式: ZnO

相对分子质量: 81.41 (根据 2007 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂中氧化锌的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。
本标准适用于化学试剂中氧化锌的检验。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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(neq GB/T 602—2002,ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq GB/T 603—2002,ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 610—2008 化学试剂 砷测定通用方法(neq ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(mod GB/T 6682—2008,ISO 3696 : 1987)

GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(neq GB/T 9728—2007,ISO 6353-1 : 1982)

GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法(neq GB/T 9729—2007,ISO 6353-1 : 1982)

GB 15346 化学试剂 包装及标志

HG/T 3484 化学试剂 标准玻璃乳浊液和澄清度标准

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为白色或淡黄色结晶粉末,不溶于水,溶于酸、氨水及碱金属氢氧化物中,在空气中吸收二氧化碳及水分。

4 规格

氧化锌的规格见表 1。

表 1 氧化锌的规格

名 称	分 析 纯	化 学 纯
含量(ZnO),w/%	≥99.0	≥99.0
澄清度试验/号	≤3	≤5
稀硫酸不溶物,w/%	≤0.01	≤0.02
游离碱	合 格	合 格
氯化物(Cl),w/%	≤0.001	≤0.005
硫化物(以 SO ₄ 计),w/%	≤0.01	≤0.02
硝酸盐(NO ₃),w/%	≤0.003	≤0.005
砷(As),w/%	≤0.000 05	≤0.000 2
钠(Na),w/%	≤0.05	≤0.10
镁(Mg),w/%	≤0.005	≤0.01
钾(K),w/%	≤0.01	≤0.02
钙(Ca),w/%	≤0.005	≤0.01
锰(Mn),w/%	≤0.000 5	≤0.001
铁(Fe),w/%	≤0.000 5	≤0.002 5
铅(Pb),w/%	≤0.005	≤0.05
还原高锰酸钾物质(以 O 计),w/%	≤0.002	≤0.004

5 试验方法

5.1 警示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和健康措施。

5.2 一般规定

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称取,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.3 含量

称取 0.3 g 样品,精确至 0.000 1 g,用少量水润湿,滴加盐酸溶液(20 %)至样品溶解,加 75 mL 水,用氨水溶液(10 %)调节溶液的 pH 值至 8,加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲(pH≈10)及 50 mg 铬黑 T 指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[c(EDTA)=0.1 mol/L]滴定至溶液呈蓝色。同时做空白试验。

氧化锌的质量分数 w,数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$w=\frac{(V_1-V_2)cM}{m\times1\,000}\times100\cdots\cdots\cdots (1)$$

式中:

- V₁——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V₂——空白试验消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- M——氧化锌摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[M(ZnO)=81.41];

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.4 澄清度试验

称取 6 g 样品,溶于 94 mL 水及 6 mL 硫酸中,其浊度不得大于 HG/T 3484 规定的下列澄清度标准:

- 分析纯.....3 号;
- 化学纯.....5 号。

5.5 稀硫酸不溶物

称取 10 g 样品,溶于 160 mL 硫酸溶液(1+15)中,在水浴上保温 1 h 后,用已于 105 °C ± 2 °C 干燥至恒重的 4 号玻璃滤坩过滤,以热水洗涤滤渣至洗液无硫酸盐反应,于 105 °C ± 2 °C 的电烘箱中干燥至恒重,滤渣质量不得大于:

- 分析纯.....1.0 mg;
- 化学纯.....2.0 mg。

5.6 游离碱

称取 2 g 样品,加 20 mL 水,煮沸,过滤,冷却。滤液中加 2 滴酚酞指示液(10 g/L),溶液不得呈粉红色。

5.7 氯化物

称取 1 g 样品,加 5 mL 水,滴加硝酸溶液(25 %)至样品溶解,稀释至 20 mL 后,按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液:

- 分析纯.....0.01 mg Cl;
- 化学纯.....0.05 mg Cl。

稀释至 20 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.8 硫化合物

称取 0.5 g(化学纯取 0.25 g)样品,加 15 mL 水、0.2 mL 无水碳酸钠溶液(50 g/L)及 1 mL“30 % 过氧化氢”,缓缓煮沸至气泡逸尽,滴加盐酸溶液(20 %)溶解,在水浴上蒸至近干,溶于水,稀释至 20 mL,加 0.5 mL 盐酸溶液(20 %)酸化后,按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含 0.05 mg 的硫酸盐(SO₄)标准溶液,稀释至 20 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.9 硝酸盐

称取 0.5 g 样品,加 10 mL 水,加 1 mL 氯化钠溶液(100 g/L)和 1 mL 靛蓝二磺酸钠溶液 [$c(C_{16}H_8N_2Na_2O_8S_2)=0.001\text{ mol/L}$],在摇动下于 10 s~15 s 内加 10 mL 硫酸,放置 10 min。溶液所呈蓝色不得浅于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的硝酸盐标准溶液:

- 分析纯.....0.015 mg NO₃;
- 化学纯.....0.025 mg NO₃。

与样品同时同样处理。

5.10 砷

称取 2 g 样品,置于定砷瓶中,加 10 mL 水,滴加盐酸溶液(20 %)至样品溶解,稀释至 30 mL 后,按 GB/T 610—2008 中 4.2 的规定测定。吸收液所呈紫红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的砷标准溶液:

- 分析纯.....0.001 mg As;
- 化学纯.....0.004 mg As。

稀释至 30 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.11 钠

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.11.1 仪器条件

光源:钠空心阴极灯;

波长:589.0 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.11.2 测定方法

称取 2 g 样品,加少量水,滴加盐酸至样品溶解,稀释至 100 mL。取 2 mL,共四份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.12 镁

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.12.1 仪器条件

光源:镁空心阴极灯;

波长:285.2 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.12.2 测定方法

称取 2 g 样品,加少量水,滴加盐酸至样品溶解,稀释至 100 mL。取 10 mL,共四份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.13 钾

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.13.1 仪器条件

光源:钾空心阴极灯;

波长:766.5 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.13.2 测定方法

同 5.12.2。

5.14 钙

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.14.1 仪器条件

光源:钙空心阴极灯;

波长:422.7 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.14.2 测定方法

称取 10 g 样品,加少量水,滴加盐酸至样品溶解,稀释至 100 mL。取 20 mL,共四份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.15 锰

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.15.1 仪器条件

光源:锰空心阴极灯;

波长:279.5 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.15.2 测定方法

称取 20 g 样品,用少量水湿润,滴加盐酸至样品溶解,稀释至 100 mL。取 20 mL,共四份。按

GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.16 铁

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.16.1 仪器条件

光源:铁空心阴极灯;

波长:248.3 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.16.2 测定方法

同 5.15.2。

5.17 铅

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.17.1 仪器条件

光源:铅空心阴极灯;

波长:283.3 nm;

火焰:乙炔-空气。

5.17.2 测定方法

称取 50 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(化学纯取 5 mL),共四份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.18 还原高锰酸钾物质

称取 4 g(化学纯取 2 g)样品,加 125 mL 硫酸溶液(1+5)溶解,加 0.1 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 $[c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)=0.1\text{ mol/L}]$ (必要时做空白试验,高锰酸钾标准滴定溶液加入量为 $0.1\text{ mL}+V_0\text{ mL}$),摇匀,加热煮沸,溶液所呈粉红色不得消失。

空白试验是量取 125 mL 硫酸溶液(1+5),共五份,分别加入成比例的高锰酸钾标准滴定溶液 $[c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)=0.1\text{ mol/L}]$,摇匀,加热煮沸后,取系列溶液中保持淡粉色,且加入量最小的高锰酸钾标准滴定溶液体积作为空白值 V_0 。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行取样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装,贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4 类;

内包装形式:NB-4、NBY-4、NB-5、NBY-5、NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15;

隔离材料:GC-2、GC-3;

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3。