

ICS 71.060.50
G 12
备案号:27353—2010

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3582—2009

代替 HG/T 3582—1999

工业硝酸锌

Zinc nitrate for industrial use

2009-12-04 发布

2010-06-01 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 3582—1999《工业硝酸锌》。

本标准与 HG/T 3582—1999《工业硝酸锌》的主要技术差异如下：

- 指标参数相应调整(1999 年版的 4.2, 本版的 5.2)；
- 将原标准控制重金属含量的指标修改为控制铅含量的指标, 试验方法相应修改(1999 年版的 4.2、5.4, 本版的 5.2、6.7)；
- 增加了安全章节(本版的 10)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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。

本标准起草单位: 中海油天津化工研究设计院、湖南化学试剂总厂。

本标准主要起草人: 赵美敬、彭国其、林文新。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- HG/T 3582—1999。

工业硝酸锌

1 范围

本标准规定了工业硝酸锌的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于工业硝酸锌。该产品主要用于电镀锌及配制钢铁磷化剂、印染媒染剂、医药酸化催化剂、乳胶凝结剂、染料合成物品保藏剂、树脂加工催化剂等。

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 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780 : 1997)

GB/T 6678 化工产品采样总则

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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式： $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：297.49(按 2007 年国际相对原子质量)

4 分类

工业硝酸锌分为两类：固体、液体。

5 要求

5.1 外观

固体为无色或白色的块状或颗粒状结晶，液体为微黄色透明液体。

5.2 工业硝酸锌应符合表 1 的要求。

表 1 要 求

项 目	指 标			
	固体		液体	
	一等品	合格品		
硝酸锌[Zn(NO ₃) ₂ ·6H ₂ O]w/%	≥	98.0	98.0	80.0
游离酸(以 HNO ₃ 计)w/%	≤	0.03	0.04	0.03
铁(Fe)w/%	≤	0.01	0.02	0.005
铅(Pb)w/%	≤	0.04	0.25	0.20
硫酸盐(以 SO ₄ ²⁻ 计)w/%	≤	0.05	0.15	—
水不溶物 w/%	≤	0.1	0.2	—
氯化物(以 Cl 计)w/%	≤	0.02	0.1	—

6 试验方法

6.1 安全提示

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!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

6.2 一般规定

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 外观检验

在自然光下,用目视法判定外观。

6.4 硝酸锌含量的测定

6.4.1 方法提要

试样溶解后,加入抗坏血酸和酒石酸钾钠掩蔽剂掩蔽铁、铅等重金属离子,在 pH≈6 的乙酸-乙酸钠缓冲溶液中,以二甲酚橙作为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定。

6.4.2 试剂

6.4.2.1 抗坏血酸溶液:20 g/L;

6.4.2.2 酒石酸钾钠溶液:200 g/L;

6.4.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH≈6;

6.4.2.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液:c(EDTA)≈0.05 mol/L;

6.4.2.5 二甲酚橙指示液:2 g/L(保存 1 周~2 周)。

6.4.3 分析步骤

称取约 0.4 g(液体称取约 0.5 g)试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入约 75 mL 水溶解,加入 10 mL 抗坏血酸溶液和 5 mL 酒石酸钾钠溶液,加 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,加 2 滴二甲酚橙指示液,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为亮黄色,即为终点。同时进行空白试验。

空白试验除不加试样外,其他操作及加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与测定试验相同。

6.4.4 结果计算

硝酸锌含量以硝酸锌[Zn(NO₃)₂·6H₂O]的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V - V_0)/1\,000]cM}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,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 ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——硝酸锌 $[\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=297.49$)。

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%。

6.5 游离酸含量的测定

6.5.1 方法提要

以甲基橙为指示剂,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,以确定游离酸含量。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 无二氧化碳的水;

6.5.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) \approx 0.02 \text{ mol/L}$;

6.5.2.3 甲基橙指示液:10 g/L。

6.5.3 分析步骤

称取约5 g试样,精确至0.01 g,置于250 mL锥形瓶中,加入50 mL无二氧化碳的水使试样溶解,加入2滴甲基橙指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为黄色,即为终点。

6.5.4 结果计算

游离酸含量以硝酸(HNO_3)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V/1\,000)cM}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠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 ——硝酸(HNO_3)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=63.01$)。

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0.003%。

6.6 铁含量的测定

6.6.1 方法提要

在酸性介质中,加入硫氰酸盐使铁生成硫氰酸铁红色络合物,以正丁醇提取,与标准比色溶液进行比色。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 正丁醇;

6.6.2.2 盐酸溶液:1+1;

6.6.2.3 硫氰酸铵溶液:250 g/L;

6.6.2.4 铁标准溶液:1 mL溶液含铁(Fe)0.10 mg。

移取10.00 mL按HG/T 3696.2要求配制的铁标准溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.6.3 分析步骤

称取 $5.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于100 mL烧杯中,加水溶解后,全部转移至100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取10 mL上述试验溶液,置于50 mL比色管中,加水稀释至25 mL,加1 mL盐酸

溶液、2 mL 硫氰酸铵溶液和 5 mL 正丁醇,剧烈振摇,醇层出现的红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液按下列规定移取铁标准溶液,与试样同时同样处理。

固体:一等品 0.50 mL,合格品 1.00 mL;液体:0.25 mL。

6.7 铅含量的测定

6.7.1 方法提要

通过测定试验溶液和标准溶液所产生的原子蒸气对铅元素的特定吸收波长的吸光度来确定试样中铅元素的含量。

6.7.2 试剂

6.7.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.7.2.2 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.10 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.2.3 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

6.7.3 仪器、设备

6.7.3.1 原子吸收分光光度计;

6.7.3.2 铅空心阴极灯;

6.7.3.3 波长:283.3 nm;

6.7.3.4 火焰:空气-乙炔。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 工作曲线的绘制

取 4 只 100 mL 容量瓶,用移液管分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 铅标准溶液,加入 10 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

按 6.7.3 的规定,将仪器调至最佳工作条件,用水调零,测量吸光度。从每个标准溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以铅的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.7.4.2 测定

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 150 mL 烧杯中。用少量水使之溶解,全部转移至 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。同时同样处理空白试验溶液。

按 6.7.3 的规定,将仪器调至最佳工作条件,用水调零,测量吸光度。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中铅的质量。

6.7.5 结果计算

铅含量以铅(Pb)的质量分数 w_3 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_2) / 1\,000}{m} \times 100 \dots \dots \dots (3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铅质量的数值,单位为毫克(mg);

m_2 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铅质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值,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 0.005 %。

6.8 硫酸盐含量的测定

6.8.1 方法提要

在盐酸介质中,硫酸根与钡离子生成白色细微的硫酸钡沉淀,与标准比浊溶液比浊。

6.8.2 试剂

6.8.2.1 盐酸溶液:1+1;

6.8.2.2 氯化钡溶液:250 g/L;

6.8.2.3 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4^{2-})0.10 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.8.3 仪器、设备

6.8.3.1 瓷蒸发皿:容积为 50 mL;

6.8.3.2 恒温水浴箱;

6.8.3.3 电热恒温干燥箱:温度能控制在 30 °C~35 °C。

6.8.4 分析步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于瓷蒸发皿中,加 2 mL 盐酸溶液,于恒温水浴上蒸干,冷却后,用 25 mL 水将残渣溶解,全部转移至 50 mL 比色管中,加入 1 mL 盐酸溶液、3 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀。置于电热恒温干燥箱中于 30 °C~35 °C 下保温 10 min。所产生的浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是按下列要求移取硫酸盐标准溶液,与试样同时同样处理。

固体一等品:5.00 mL;固体合格品:15.00 mL。

6.9 水不溶物含量的测定

6.9.1 方法提要

将试样溶解于水中,将不溶物过滤,置于电热恒温干燥箱中烘至质量恒定,计算其水不溶物含量。

6.9.2 仪器、设备

6.9.2.1 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 °C~110 °C;

6.9.2.2 玻璃砂坩埚:孔径 $5 \mu\text{m}$ ~ $15 \mu\text{m}$ 。

6.9.3 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水使试样溶解。加热至沸 10 min,趁热用已于 105 °C~110 °C 条件下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用热水洗涤滤渣 3 次~4 次,每次用水约 30 mL。将玻璃砂坩埚和水不溶物置于 105 °C~110 °C 电热恒温干燥箱中烘至质量恒定。

6.9.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_4 计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚和水不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试样质量的数值,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 0.01 %。

6.10 氯化物含量的测定

6.10.1 方法提要

在酸性介质中加入硝酸银溶液,银离子与氯离子生成白色的氯化银悬浊液,与同时同样处理的标准比浊溶液进行对比。

6.10.2 试剂

6.10.2.1 95 % 乙醇;

6.10.2.2 硝酸溶液:1+2;

6.10.2.3 硝酸银溶液:17 g/L;

6.10.2.4 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.10 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.10.3 分析步骤

称取 $0.50\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 50 mL 比色管中,加 25 mL 水溶解,加入 1 mL 95 %乙醇、2 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,轻轻摇匀。静置 10 min 后,于黑背景下与标准比浊溶液比对,所产生的浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是按下列要求移取氯化物标准溶液,与试样同时同样处理。

固体一等品:1.00 mL;固体合格品:5.00 mL。

7 检验规则

7.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

7.1.1 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。有下列情况之一时,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。

7.1.2 出厂检验

要求中规定的硝酸锌含量、游离酸含量、铁含量、铅含量四项指标为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 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同一级别的工业硝酸锌为一批。每批产品不超过 20 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。液体硝酸锌的采样方法:从混合均匀的成品液体硝酸锌贮罐、塑料桶的上、中、下三点采样,取不少于 250 mL 的平均试样,立即装入两个清洁、干燥的磨口玻璃瓶中。固体硝酸锌的采样方法:将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样。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或塑料袋中,密封。瓶或袋上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、类型、等级、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,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

7.4 生产厂应保证每批出厂的工业硝酸锌都符合本标准的要求。

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

7.6 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

8.1 工业硝酸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、类型、等级、净含量、批号(或生产日期)、本标准编号及 GB 190—2009 规定的“氧化剂”标志和 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的工业硝酸锌都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类型、等级、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。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业硝酸锌采用以下包装形式。

9.1.1 固体采用铁桶包装:内包装采用双层聚乙烯塑料薄膜袋,将袋内剩余气体排出,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外包装采用封口严密的铁桶包装。每桶净含量 50 kg。铁桶的形状和每桶的净含量可根据运输、贮存、应用的要求或用户的要求进行协商。

9.1.2 液体采用塑料桶包装,每桶净含量 20 kg、25 kg,或根据用户要求协商确定包装净含量。

9.2 工业硝酸锌在运输过程中应有遮盖物,包装桶不得倒置、碰撞,保持包装的密封性,防止日晒、雨淋、受潮。禁止与酸类、易燃物、有机物、还原剂、自燃物品等混运。

9.3 工业硝酸锌应贮存在阴凉、通风的库房内,防止日晒、雨淋、受潮,禁止与酸类、易燃物、有机物、还原剂、自燃物品等混贮。

10 安全

10.1 工业硝酸锌具腐蚀性,遇可燃物着火时,能助长火势。与硫、磷、炭末、铜、金属硫化物及有机物接触剧烈反应。受高热分解,产生有毒的氮氧化物。

10.2 工业硝酸锌的消防方法:使用雾状水或沙土。切勿将水流直接射至熔融物,以免引起严重的流淌火灾或引起剧烈的飞溅。

10.3 工业硝酸锌的泄漏应急处理:隔离泄漏污染区,限制出入。勿使泄漏物与还原剂、有机物、易燃物或金属粉末接触。人员戴好防护用品,用水冲洗,经稀释的污水放入废水系统。

10.4 工业硝酸锌与皮肤接触后应用大量流动清水冲洗,与眼睛接触后应用大量流动清水或生理盐水彻底冲洗。误服立即用水漱口,饮牛奶或蛋清,送医院就医。

中华人民共和国

化工行业标准

工业硝酸锌

HG/T 3582—2009

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)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数16千字

2010年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0804

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:10.00元

版权所有 违者必究