

工业碱式碳酸锌

---

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业碱式碳酸锌的技术要求、试验方法,检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于硫酸锌法和碱性浸取法制得的工业碱式碳酸锌。该产品主要用于催化剂、脱硫剂的原料,还用作橡胶、乳胶活性剂等。

分子式: $ZnCO_3 \cdot 2Zn(OH)_2 \cdot H_2O$

相对分子质量:342.23(按1989年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

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 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6284 化工产品中水分含量测定的通用方法 重量法

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 8946 塑料编织袋

3 技术要求

3.1 外观:白色粉末。

3.2 工业碱式碳酸锌应符合下表要求:

		%		
项 目		指 标		
		优等品	一等品	合格品
主含量(以 Zn 计)(以干基计)	≥	57.5	57.0	56.5
烧失量		25.0~28.0	25.0~30.0	25.0~32.0
重金属(以 Pb 计)含量	≤	0.04	0.05	0.05
水分	≤	2.5	3.5	5.0
硫酸盐(以 SO <sub>4</sub> 计)含量	≤	0.60	0.80	—
细度(通过75 μm 筛网)	≥	95.0	94.0	93.0
镉(Cd)含量	≤	0.10	—	—

注：用户如对细度指标有特殊要求时，可与生产厂协商解决。

#### 4 试验方法

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 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603之规定制备。

##### 4.1 主含量的测定

###### 4.1.1 方法提要

用盐酸溶解试料，加入掩蔽剂掩蔽干扰离子，在 pH5~6的乙酸-乙酸钠缓冲溶液中，以二甲酚橙为指示液，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定。

###### 4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 抗坏血酸；

4.1.2.2 盐酸(GB/T 622)溶液：1+1；

4.1.2.3 氨水(GB/T 631)溶液：2+3；

4.1.2.4 氟化钠(GB/T 1264)溶液：200 g/L，贮存于塑料瓶中；

4.1.2.5 硫代硫酸钠(GB/T 637)溶液：100 g/L；

4.1.2.6 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH=5.5。将150 g 乙酸钠(GB/T 694)溶于水中，加入50 mL 冰乙酸(GB/T 676)，用水稀释至1 000 mL，摇匀。

4.1.2.7 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB/T 1401)标准滴定溶液： $c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2)$ 约0.05 mol/L；

4.1.2.8 对硝基酚指示液：1 g/L；

4.1.2.9 二甲酚橙指示液：2 g/L。

###### 4.1.3 分析步骤

称取预先于105~110℃下干燥至恒重的约2 g 试样，精确至0.000 2 g，置于400 mL 高型烧杯中，加少量水润湿，用盐酸溶液溶解。移入250 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取25 mL 试验溶液，置于250 mL 锥形瓶中。加70 mL 水，0.1 g 抗坏血酸，2滴对硝基酚指示液。用氨水溶液调至黄色，再用盐酸溶液调至恰呈无色。加入20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液，5 mL 氟化钠溶液，5 mL 硫代硫酸钠溶液，摇匀。加5滴二甲酚橙指示液，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红变为亮黄色即为终点。

同时做空白试验。

## 4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的主含量(以 Zn 计) $X_1$ 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.06539}{m \times \frac{25}{250}} \times 100$$

$$= \frac{65.39 \times (V - V_0) \cdot c}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $c$ ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V$ ——滴定试验溶液所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

$V_0$ ——滴定空白所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积, mL;

$m$ ——试料的质量, g;

0.06539——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [ $c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的, 以克表示的锌的质量。

## 4.1.5 允许差

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%。

## 4.2 烧失量的测定

## 4.2.1 方法提要

将试料于  $650 \pm 50^\circ\text{C}$  下热解为氧化锌, 测得烧失量。

## 4.2.2 仪器、设备

## 4.2.2.1 瓷坩埚: 30 mL。

## 4.2.3 分析步骤

称取约 3 g 试样, 精确至 0.000 2 g, 置于已在  $650 \pm 50^\circ\text{C}$  下灼烧至恒重的瓷坩埚中, 于  $650 \pm 50^\circ\text{C}$  下灼烧至恒重。

## 4.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的烧失量  $X_2$  按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:  $m_2$ ——试料和坩埚的质量, g;

$m_1$ ——残渣和坩埚的质量, g;

$m$ ——试料质量, g。

## 4.2.5 允许差

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 0.1%。

## 4.3 重金属含量的测定

## 4.3.1 方法提要

用盐酸溶解试料, 加氨水调至弱碱性。用  $\text{CN}^-$  掩蔽锌, 重金属离子与新配制的硫化钠溶液生成有色硫化物沉淀, 与标准比色溶液目视比色。

## 4.3.2 试剂和材料

## 4.3.2.1 盐酸(GB/T 622)溶液: 1+1;

## 4.3.2.2 氨水(GB/T 631)溶液: 2+3;

## 4.3.2.3 氰化钾(GB/T 1271)溶液: 200 g/L;

## 4.3.2.4 硫化钠(HG 3-905)溶液: 100 g/L, 临用前配制;

## 4.3.2.5 铅标准溶液: 1 mL 含 0.01 mgPb。

按 GB/T 603 之规定配制后, 用移液管移取 10 mL, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液临用前配制。

### 4.3.3 分析步骤

称取 $1.00 \pm 0.01$  g 试样,加少量水润湿。用盐酸溶液溶解。移入100 mL 容量瓶中,摇匀。用移液管移取10 mL,置于50 mL 比色管中,用氨水溶液中和至出现微浑。加5 mL 氰化钾溶液,1 mL 硫化钠溶液,加水至刻度,摇匀。于暗处放置10 min,所呈颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备:用移液管移取4.00 mL(对优等品)、5.00 mL(对一等品、合格品)铅标准溶液,置于50 mL 比色管中,加水至10 mL,与试验溶液同时同样处理。

## 4.4 水分的测定

### 4.4.1 方法提要

同 GB/T 6284 第2条。

### 4.4.2 仪器、设备

4.4.2.1 称量瓶: $\phi 50$  mm $\times$ 30 mm。

### 4.4.3 分析步骤

称取约3 g 试样,精确至0.000 2 g,按 GB/T 6284 第5条进行。

### 4.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分  $X_3$  按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:  $m_2$ ——试料和称量瓶的质量, g;

$m_1$ ——干燥后试料和称量瓶的质量, g;

$m$ ——试料质量, g。

### 4.4.5 允许差

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0.1%。

## 4.5 硫酸盐含量的测定

### 4.5.1 方法提要

在酸性条件下,加入氯化钡,与试验溶液中的硫酸根离子生成白色沉淀。与硫酸钡标准比浊溶液目视比浊。

### 4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 95%乙醇(GB/T 671);

4.5.2.2 盐酸(GB/T 622)溶液:1+1;

4.5.2.3 氯化钡(GB/T 652)溶液:100 g/L;

4.5.2.4 硫酸盐标准溶液:1 mL 含0.1 mgSO<sub>4</sub>。

### 4.5.3 分析步骤

称取 $0.50 \pm 0.01$  g 试样,置于100 mL 烧杯中。加少量水润湿,用盐酸溶液溶解。煮沸3 min,冷却。移入100 mL 容量瓶中(必要时过滤)。加水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取10 mL 试验溶液,置于50 mL 比色管中,加水至约25 mL。加5 mL 乙醇,2 mL 氯化钡溶液,加水至刻度,摇匀。放置10 min。所呈浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备:用移液管移取3.00 mL(对优等品)、4.00 mL(对一等品)硫酸盐标准溶液,与试验溶液同时同样处理。

## 4.6 细度的测定

### 4.6.1 试剂和材料

4.6.1.1 95%乙醇(GB/T 679)。

### 4.6.2 仪器、设备

4.6.2.1 试验筛(GB 6003): $\phi 75 \times 25/0.075$  mm;

## 4.6.2.2 大楷羊毫笔。

## 4.6.3 分析步骤

称取约10 g 试样,精确至0.01 g,置于预先于105~110℃下干燥至恒重的试验筛中。用1 000 mL 烧杯盛满自来水,将试验筛慢慢浸入水中,待试料润湿后,用大楷羊毫笔约1/3毫尖,以每秒二周的速度轻轻刷洗,每刷洗20周将试验筛提出水面,每提出两次换水一次,直至烧杯内澄清无试料为止。用流量为300~400 mL/min 的蒸馏水流将毛笔上的试料冲入筛内,并冲洗筛网30 s。然后,用10 mL 乙醇冲洗一次。将试验筛于105~110℃下干燥至恒重。

## 4.6.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的细度  $X_4$ 按式(4)计算:

$$X_4 = \left[ 1 - \frac{m_2 - m_1}{m \left( \frac{100 - X_3}{100} \right)} \right] \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:  $m_1$ ——试验筛的质量,g;

$m_2$ ——试验筛和筛余物的质量,g;

$m$ ——试料质量,g;

$X_3$ ——按4.4条测得的水分。

## 4.6.5 允许差

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%。

## 4.7 镉含量的测定

## 4.7.1 方法提要

通过测定试验溶液和标准溶液所产生的原子蒸汽对镉元素的特定吸收波长辐射的吸光度来确定试样中镉元素的含量。

## 4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 盐酸(GB/T 622)溶液:1+1;

4.7.2.2 硝酸(GB/T 626)溶液:1+1;

4.7.2.3 镉标准溶液:1 mL 含0.020 00 mgCd。称取0.100 0 g 高纯镉粉,置于150 mL 烧杯中,加20 mL硝酸溶液,加热溶解,并蒸发至无NO<sub>2</sub>为止。冷却。移入1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取20 mL 此标准溶液,置于100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此稀溶液临用前配制。

## 4.7.3 仪器、设备

4.7.3.1 原子吸收分光光度计;

4.7.3.2 镉空心阴极灯;

4.7.3.3 火焰:乙炔-空气。

## 4.7.4 分析步骤

## 4.7.4.1 工作曲线的绘制

于5个100 mL 容量瓶中,分别加入0(试剂空白溶液),1.00,2.00,3.00,4.00 mL 镉标准溶液,加入10 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。用原子吸收分光光度计,在228.8 nm 处,以水为参比,测量吸光度。从每个标准参比溶液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以镉质量浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 4.7.4.2 测定

称取约0.5 g 试样,精确至0.000 2 g,置于150 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入硝酸溶液溶解,加热蒸发至无NO<sub>2</sub>为止。冷却。移入100 mL 容量瓶中,加入10 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。使用原

子吸收分光光度计,在228.8 nm处,以水为参比,测量吸光度。从工作曲线上查出镉质量浓度。

#### 4.7.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的镉(Cd)含量  $X_5$ 按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{\rho \times 100 \times 10^{-3}}{m} \times 100 = \frac{10\rho}{m} \dots\dots\dots(5)$$

式中:  $\rho$ ——从工作曲线上查得的试验溶液的镉质量浓度,mg/mL;

$m$ ——试料质量,g。

#### 4.7.6 允许差

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0.02%。

### 5 检验规则

5.1 本标准中规定的主含量、烧失量、重金属含量、水分、硫酸盐含量、细度、镉含量等七项指标项目为型式检验项目。其中主含量、烧失量、重金属含量、水分、硫酸盐含量、细度等六项指标项目为出厂检验项目。在正常生产情况下,六个月至少进行一次型式检验。

5.2 工业碱式碳酸锌应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、产品名称、等级、净重、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

5.3 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业碱式碳酸锌进行验收。验收应在货到之日起一个月内进行。

5.4 每批产品不超过15 t。

5.5 按照 GB/T 6678第6.6条的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的中心垂直线插入至料层深度的3/4处采样,将采得的样品混匀后,按四分法缩分至约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、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。

5.6 检验结果如有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行核验,核验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品不能验收。

5.7 当供需双方对产品质量发生异议时,按《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

5.8 采用 GB 1250规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

### 6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业碱式碳酸锌包装袋上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、等级、净重、批号或生产日期及本标准编号。

6.2 工业碱式碳酸锌采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,规格尺寸:1 050 mm×570 mm,厚度为0.08 mm;外包装采用塑料编织袋,规格尺寸:900 mm×550 mm。其性能和检验方法应符合 GB 8946 B型的规定。该产品每袋净重25 kg。

6.3 工业碱式碳酸锌的包装。内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于30 mm处折边,在距袋边不小于15 mm处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。针距7~12 mm,缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。

6.4 工业碱式碳酸锌在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。

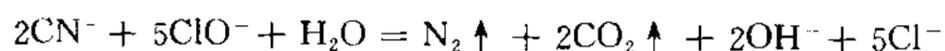
6.5 工业碱式碳酸锌应贮存在阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮。防止日晒、受热。

**附录 A**  
**含氰废液的处理**  
(补充件)

为了防止含氰废液的污染,每次分析后的含氰废液均应进行处理后方可排放。

**A1 方法提要**

在碱性条件下,以次氯酸根为氧化剂,使氰离子氧化分解为无毒的氮气和二氧化碳。



**A2 操作步骤**

将废液收集于500 mL烧杯中,置于通风橱内,加入25 g漂白粉,充分搅拌,放置12 h后排放。  
上述操作中所用试剂均为工业级。

---

**附加说明:**

本标准由中华人民共和国化学工业部科技司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由天津化工研究院、江苏省连云港市海滨化工厂、上海市京华化工厂负责起草。

本标准主要起草人王琪、刘长余、刘新元、蔡芝兰、孙丽君、滕士兰。

本标准参照采用美国军用规范 MIL-Z-12061 B(1983)《技术级碱式碳酸锌》。