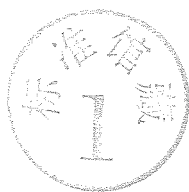


# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6890—2000

## 锌 粉

Zinc powder



2006年1月25日

2000-08-28 发布

2000-12-01 实施

国家质量技术监督局 发布

## 前 言

本标准是在 GB/T 6890—1986《锌粉》的基础上,根据近十多年来锌粉生产发展及使用情况,参照国际标准 ISO 3549:1995《色漆用锌粉》进行的修订,修订主要内容如下:

1) 将原牌号进行了重新划分和修改,即按锌粉化学成分分为一级、二级、三级、四级四个等级,增加了以含锌物料为原料生产的四级锌粉;

2) 按锌粉粒度分为 FZn30、FZn45、FZn90、FZn125 四种规格,并对相应规格的筛余物规定了最大粒径;

3) 对附录中铅、镉、铁分析方法亦作了修订,并增加了硫元素的分析方法。

本标准与 GB/T 6890—1986《锌粉》相比,标准的适用性更强、更广泛。

本标准从实施之日起,代替 GB/T 6890—1986。

本标准中附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F、附录 G 均为标准的附录。

本标准由国家有色金属工业局提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准起草单位:葫芦岛锌厂。

本标准主要起草人:付跃生、冷希学、朱东萍、冯志维、王向红、周 伟、崔安芳。

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6890—2000

## 锌 粉

代替 GB/T 6890—1986

Zinc powder

### 1 范围

本标准规定了锌粉的要求、试验方法、检验规则及包装、标志、运输和贮存。

本标准适用于以金属锌或含锌物料为原料,用蒸馏法、雾化法、电热还原法生产的金属锌粉。主要供涂料、染料、冶金、化工及制药等工业部门使用。

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 1715—1979 颜料筛余物测定法

GB/T 5314—1985 粉末冶金用粉末的取样方法

GB/T 6524—1986 金属粉末粒度分布的测定——光透法

### 3 要求

#### 3.1 产品分类

3.1.1 锌粉按化学成分分为一级、二级、三级、四级四个等级。

3.1.2 锌粉按粒度分为 FZn30、FZn45、FZn90、FZn125 四种规格。

#### 3.2 化学成分

锌粉的化学成分应符合表 1 的规定。

表 1

| 等 级 | 化学成分, % |      |       |      |     |      |
|-----|---------|------|-------|------|-----|------|
|     | 主品位不小于  |      | 杂质不大于 |      |     |      |
|     | 全 锌     | 金属 锌 | Pb    | Fe   | Cd  | 酸不溶物 |
| 一级  | 98      | 96   | 0.1   | 0.05 | 0.1 | 0.2  |
| 二级  | 98      | 94   | 0.2   | 0.2  | 0.2 | 0.2  |
| 三级  | 96      | 92   | 0.3   | —    | —   | 0.2  |
| 四级  | 92      | 88   | —     | —    | —   | 0.2  |

注:以含锌物料为原料生产的四级锌粉,其含硫量应不大于 0.5%

#### 3.3 粒度及筛余物

锌粉的粒度应符合表 2 的规定。

表 2

| 规 格    | 筛余物 不大于             |       | 粒度分布, % 不小于         |                     |
|--------|---------------------|-------|---------------------|---------------------|
|        | 最大粒径, $\mu\text{m}$ | 含量, % | 30 $\mu\text{m}$ 以下 | 10 $\mu\text{m}$ 以下 |
| FZn30  | 45                  | —     | 99.5                | 80                  |
| FZn45  | 90                  | 0.3   | —                   | —                   |
| FZn90  | 125                 | 0.1   | —                   | —                   |
| FZn125 | 200                 | 1.0   | —                   | —                   |

3.4 锌粉用作与饮用水接触的涂料时,杂质铅和镉的含量应分别不大于 0.01%。

3.5 生产立德粉用的锌粉,铅含量可不作规定;生产保险粉用的锌粉,除金属锌和筛余物外,其他成分可不规定。

3.6 需方如对化学成分或粒度有特殊要求时,由供需双方商定。

### 3.7 外观

锌粉外观呈灰色,锌粉内不应混入外来夹杂物。

## 4 试验方法

### 4.1 化学成分分析方法

锌粉的化学成分仲裁分析方法按附录 A、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E、附录 F、附录 G 的规定进行。

### 4.2 粒度的测定方法

4.2.1 锌粉粒度分布的仲裁测定方法按 GB/T 6524 中光透法的规定进行。

4.2.2 锌粉筛余物的仲裁测定方法按 GB/T 1715 中甲法的规定进行。

## 5 检验规则

### 5.1 检查和验收

5.1.1 锌粉由供方技术监督部门进行检验,保证产品质量符合本标准的规定,并填写质量证明书。

5.1.2 需方应对收到的产品按本标准的规定进行检验,如检验结果与本标准的规定不符时,应在收到产品之日起 30 天内向供方提出,由供需双方协商解决。如需仲裁,仲裁取样在需方共同进行。

### 5.2 组批

锌粉应成批提交验收,每批应由同一规格、等级的锌粉组成(若干个生产批构成一个检验批的时间应不超过 7 天)。每批净重不超过 5 t。

### 5.3 检验项目

每批锌粉应进行化学成分、粒度和外观的检验。

### 5.4 仲裁取样和制样

5.4.1 仲裁取样方法按 GB/T 5314 的规定进行。

5.4.2 将所有试样混匀,并缩分至 1 kg,均匀分成 4 等份,1 份供供方分析用,1 份供需方分析用,1 份供仲裁分析用,1 份备用。

### 5.5 检验结果判定

5.5.1 化学成分的仲裁分析结果与本标准规定不符时,该批为不合格品。

5.5.2 粒度的仲裁测定结果与本标准规定不符时,该批为不合格品。

5.5.3 锌粉的颜色与本标准规定不符时,该批为不合格品;有外来夹杂物时,该桶为不合格品。

## 6 包装、标志、运输和贮存

### 6.1 包装

锌粉用铁桶包装,内衬塑料袋,袋口用绳扎紧,桶盖应牢固并密封。每桶净重分为 25 kg、40 kg、50 kg。需方如有特殊要求时,由供需双方商定。

### 6.2 标志

6.2.1 包装桶表面应涂上不易脱落的颜色标志,各包装桶的颜色标志规定如下:

| 规 格    | 颜色标志 |
|--------|------|
| FZn30  | 黑色   |
| FZn45  | 黄色   |
| FZn90  | 绿色   |
| FZn125 | 蓝色   |

6.2.2 包装桶上应注明:

- a) 生产厂名称及厂址;
- b) 产品名称;
- c) 净重;
- d) 注册商标;
- e) 防潮、防火、轻放标志。

6.2.3 每个包装桶上应有产品合格证,其上注明:

- a) 生产厂名称及厂址;
- b) 产品名称;
- c) 批号;
- d) 牌号、等级;
- e) 标准编号;
- f) 生产日期。

### 6.3 运输和贮存

6.3.1 锌粉在运输过程中应防潮、防火、轻放,避免撞击和跌落。

6.3.2 锌粉应贮存在通风、干燥、防火的库房内。

### 6.4 质量证明书

每批锌粉出厂时应附有产品质量证明书,其上应注明:

- a) 生产厂名称及厂址;
- b) 产品名称;
- c) 批号;
- d) 牌号、等级、批净重和桶数;
- e) 主要技术指标检验结果及技术监督部门印记;
- f) 标准编号;
- g) 出厂日期。

### 6.5 使用说明书

每批锌粉出厂时应附有产品使用说明书,说明书内一般应包括下列内容:

- a) 产品特点;
- b) 主要用途及适用范围;
- c) 主要参数;
- d) 使用注意事项;

e) 生产厂名称、厂址等。

## 7 订货单内容

本标准所列材料的订货单(或合同)内应包括下列内容:

- 7.1 产品名称。
- 7.2 牌号。
- 7.3 等级。
- 7.4 数量。
- 7.5 本标准编号、代号。
- 7.6 其他。



## 附录 A

(标准的附录)

Na<sub>2</sub>EDTA 滴定法测定全锌量

## A1 范围

本方法适用于锌粉中全锌含量的测定。测定范围:90%~99%。

## A2 方法提要

试样用盐酸和过氧化氢溶解,在 pH5~6 的乙酸-乙酸钠缓冲溶液中,以二甲酚橙为指示剂,用 Na<sub>2</sub>EDTA 标准溶液直接滴定。

## A3 试剂

- A3.1 抗坏血酸(固体)。  
 A3.2 乙酸钠(无水)。  
 A3.3 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。  
 A3.4 氨水( $\rho$ 0.90 g/mL)。  
 A3.5 冰乙酸( $\rho$ 1.049 g/mL)。  
 A3.6 盐酸(1+1)。  
 A3.7 氨水(1+1)。  
 A3.8 甲基橙(1 g/L)。  
 A3.9 二甲酚橙指示剂(5 g/L),限 2 周内使用。  
 A3.10 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:称取 180 g 乙酸钠(A3.2)溶于少量水中,加入 15 mL 冰乙酸(A3.5),用水稀释至 1 L,混匀。  
 A3.11 过氧化氢(30%)。  
 A3.12 硫代硫酸钠(100 g/L)。  
 A3.13 氟化钾(200 g/L)。  
 A3.14 乙二胺四乙酸二钠(Na<sub>2</sub>EDTA)标准溶液 [ $c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.05 \text{ mol/L}$ ]。  
 A3.14.1 配制:称取 18.6 g EDTA 二钠盐溶于少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀,放置 3 日后标定。  
 A3.14.2 标定:称取 3 份 0.100 0 g 金属锌(>99.99%)置于 400 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸(A3.6),盖上表皿,低温溶解,取下冲洗表皿,冷至室温,稀释至 50 mL,加 1 滴甲基橙指示剂(A3.8),用氨水(A3.7)和盐酸(A3.6)调至溶液恰变红色,加入 15 mL 缓冲溶液(A3.10),加入 2 滴二甲酚橙指示剂(A3.9),用待标定的 Na<sub>2</sub>EDTA 溶液(A3.14)滴定至溶液由紫色变为亮黄色为终点。

同时作空白试验。

按式(A1)计算 Na<sub>2</sub>EDTA 标准溶液对锌的滴定系数:

$$F = \frac{m}{V - V_0} \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中:  $F$ ——Na<sub>2</sub>EDTA 标准溶液对锌的滴定系数, g/mL;

$m$ ——称取金属锌质量, g;

$V$ ——标定时消耗 Na<sub>2</sub>EDTA 标准溶液的体积, mL;

$V_0$ ——空白试验消耗 Na<sub>2</sub>EDTA 标准溶液的体积, mL。

当 3 次标定结果的极差值不大于 0.000 005 g/mL 时,取其平均值。否则重新标定。

#### A4 分析步骤

A4.1 称取试样  $0.15\text{ g} \pm 0.000\text{ 1 g}$  放入 400 mL 烧杯中,加 5 mL 盐酸(A3.3),滴入 4~5 滴过氧化氢(A3.11),盖上表皿,低温加热至试样完全溶解,取下表皿,用少许水吹洗表皿及杯壁,放冷。

A4.2 滴加两滴甲基橙指示剂(A3.8),用氨水(A3.7)和盐酸(A3.6)调至溶液恰变红色,加 0.1 g 抗坏血酸(A3.1)溶解,加入 15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(A3.10)、5 mL 硫代硫酸钠溶液(A3.12)、5 mL 氟化钾溶液(A3.13),摇匀。加入 1~2 滴二甲酚橙溶液(A3.9),用  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准溶液(A3.14)滴定,溶液由紫红色变黄色为终点。

#### A5 分析结果的计算与表述

按式(A2)计算全锌的百分含量:

$$\text{Zn}(\%) = \frac{F(V_1 - V_2)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A}2)$$

式中:  $F$ —— $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准溶液对锌的滴定系数, g/mL;

$V_1$ ——试液消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准溶液的体积, mL;

$V_2$ ——空白试验消耗  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  标准溶液的体积, mL;

$m$ ——试样量, g。

#### A6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 A1 所列允许差。

表 A1 %

| 全锌含量  | 允 许 差 |
|-------|-------|
| 90~99 | 0.60  |

### 附 录 B

(标准的附录)

#### 金属锌的测定

#### B1 范围

本方法适用于锌粉中金属锌含量的测定。测定范围:88%~99%。

#### B2 方法提要

在二氧化碳作保护气的条件下,试样中的金属锌与硫酸铁作用(铜盐作催化剂)生成相当量的硫酸亚铁,用高锰酸钾标准溶液滴定,间接计算试样中的金属锌量。

#### B3 试剂

B3.1 二氧化碳(瓶装、临时制备见 B4.1)。

B3.2 磷酸( $\rho 1.69\text{ g/mL}$ )。

B3.3 硫酸(1+19)。

B3.4 甲基红指示剂(1 g/L):称取 0.10 g 甲基红溶于 100 mL 的乙醇(1+1)溶液中。

**B3.5 硫酸铜溶液(200 g/L):**称取 200 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  溶于 1 L 的水中。

**B3.6 硫酸铁溶液(330 g/L):**称取 330 g  $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$  溶于 1 L 的水中,加热至完全溶解。

### B3.7 高锰酸钾标准溶液

**B3.7.1 配制:**称取 20 g 的高锰酸钾置于 3 L 的烧杯中,加入 2 L 蒸馏水,煮沸 1 h,冷却,静置至次日。移入 2 L 容量瓶中。用煮沸并冷却的蒸馏水稀释至刻度,充分摇匀。放置至沉淀下降,经玻璃丝或瓷过滤器过滤于棕色瓶中,盖上玻璃塞。

**B3.7.2 标定:**称取  $0.72 \text{ g} \pm 0.000 2 \text{ g}$  无水草酸钠(在  $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$  烘箱中干燥 1 h)置于 500 mL 的锥形瓶中,将其溶解于 200 mL 的硫酸(B3.3)溶液中,加热至  $70 \sim 80^\circ\text{C}$ ,立即用高锰酸钾溶液滴定至出现淡红色为终点。

高锰酸钾对 Zn 元素的滴定系数计算如式(B1):

$$F = \frac{m \times 0.487 9}{V - V_0} \dots\dots\dots (\text{B1})$$

式中:  $F$ ——高锰酸钾标准溶液对 Zn 元素的滴定系数, g/mL;

$m$ ——称取草酸钠的质量, g;

$V$ ——标定时消耗高锰酸钾溶液的体积, mL;

$V_0$ ——空白消耗高锰酸钾溶液的体积, mL;

0.487 9——草酸钠转化为对 Zn 元素系数。

当 3 次测定的极差值不大于 0.000 01 g/mL,取其平均值。否则重新标定。

## B4 分析步骤

### B4.1 二氧化碳的制备

**B4.1.1** 在一个干燥的 750 mL 的锥形瓶中充满二氧化碳,塞好胶塞。若无二氧化碳,按 B4.1.2 执行。

**B4.1.2** 在一个 750 mL 的锥形瓶中加入 35 mL 的饱和碳酸氢钠溶液,滴加 2 滴甲基红指示剂(B3.4),加入 10 mL 硫酸(B3.3),在摇动下将瓶内空气赶尽,再继续滴加硫酸(B3.3)直到溶液由黄色变为红色。立即塞好胶塞。

**B4.2** 称取  $0.40 \text{ g} \pm 0.000 2 \text{ g}$  (差减法称量)试样,迅速打开瓶塞将试样倒入锥形瓶中。立即塞好胶塞,摇动,使试样散开(避免生成聚焦物)。

**B4.3** 向锥形瓶中加入 10 mL 硫酸铜(B3.5)剧烈摇动 1 min,然后加入 50 mL 的硫酸铁(B3.6)冲洗锥形瓶颈部,把附在上面的金属粒子冲下去,塞紧锥形瓶口,放置在搅拌器上搅拌或用手摇动直到完全溶解。(需 15~30 min)。

**B4.4** 试样完全溶解后,加入 20 mL 磷酸(B3.2)及 200 mL 硫酸(B3.3),立即用高锰酸钾标准溶液滴定至淡红色为终点。

随同试样作空白试验。

## B5 分析结果的计算与表述

金属锌百分含量按式(B2)计算:

$$\text{Zn}(\%) = \frac{F \times (V_1 - V_0)}{m} \times 100 \dots\dots\dots (\text{B2})$$

式中:  $F$ ——高锰酸钾标准溶液对 Zn 元素的滴定系数, g/mL;

$V_1$ ——滴定试样消耗高锰酸钾标准溶液的体积, mL;

$V_0$ ——滴定空白消耗高锰酸钾标准溶液的体积, mL;

$m$ ——称取的试样量, g。

## B6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 B1 所列允许差。

表 B1

%

| 锌 量   | 允 许 差 |
|-------|-------|
| 88~99 | 0.80  |

## 附 录 C

(标准的附录)

## 火焰原子吸收光谱法测定铅量

## C1 范围

本方法适用于锌粉中铅量的测定。测定范围:0.010%~0.40%。

## C2 方法提要

试料以盐酸、过氧化氢分解,在稀盐酸介质中于原子吸收分光光度计波长 283.3 nm 处以空气-乙炔火焰测量铅吸光度,按标准曲线法计算其含量。

## C3 试剂

C3.1 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL)。

C3.2 过氧化氢(30%)。

C3.3 盐酸(1+1)。

C3.4 硝酸(1+3)。

C3.5 铅标准溶液:称取 0.100 0 g 金属铅(>99.99%)于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(C3.4),加热至溶解完全,煮沸除去氮的氧化物,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀至刻度混匀,此溶液 1 mL 含铅 0.1 mg。

## C4 仪器

原子吸收分光光度计,附铅空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标的仪器均可使用:

灵敏度:在与测量试样溶液的基体相一致的溶液中,铅的特征浓度应不大于 0.2  $\mu$ g/mL。

精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%。用最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成 5 段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.8。

仪器工作条件见表 C1。

表 C1

| 波长<br>nm | 灯电流<br>mA | 燃烧器高度<br>mm | 狭缝<br>nm | 空气流量<br>L/min | 乙炔流量<br>L/min |
|----------|-----------|-------------|----------|---------------|---------------|
| 283.3    | 2         | 7.5         | 0.2      | 4.5           | 1.2           |

## C5 分析步骤

## C5.1 试料

按表 C2 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 C2

| 铅含量<br>%    | 试料量<br>g | 测定体积<br>mL | 移取溶液体积<br>mL |
|-------------|----------|------------|--------------|
| 0.010~0.025 | 2.0      | 100        | —            |
| 0.025~0.05  | 1.0      | 100        | —            |
| 0.05~0.1    | 0.50     | 100        | —            |
| 0.1~0.5     | 1.0      | 100        | 10.00        |

## C5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

## C5.3 测定

C5.3.1 将试料(C5.1)置于 250 mL 烧杯中,加 10~15 mL 盐酸(C3.3)和 1 mL 过氧化氢(C3.2),盖上表皿,低温加热至溶解完全,煮沸片刻,冷却,按表 C2 移入容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

C5.3.2 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计波长 283.3 nm 处,与标准溶液系列同时,以水调零测量溶液的吸光度,减去试料空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铅浓度。

## C5.4 工作曲线的绘制

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 铅标准溶液(C3.5)于 100 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 盐酸(C3.3)以水稀释至刻度,混匀。以铅浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## C6 分析结果的计算与表述

按式(C1)计算铅的百分含量:

$$\text{Pb}(\%) = \frac{c \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{C1})$$

式中:  $c$ ——自工作曲线上查得的铅浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$V$ ——试液体积, mL;

$m$ ——试料的质量, g。

## C7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 C3 所列允许差。

表 C3

%

| 铅 含 量        | 允 许 差 |
|--------------|-------|
| 0.010~0.030  | 0.003 |
| >0.030~0.100 | 0.010 |
| >0.10~0.20   | 0.02  |
| >0.20~0.40   | 0.03  |

## 附 录 D

(标准的附录)

## 火焰原子吸收光谱法测定铁量

## D1 范围

本方法适用于本标准正文部分所有等级铁量的测定。测定范围:0.010%~0.40%。

## D2 方法提要

试料以盐酸、过氧化氢分解,在稀盐酸介质中于原子吸收分光光度计波长 248.3 nm 处以空气-乙炔火焰测量铁吸光度,按标准曲线法计算其含量。

## D3 试剂

D3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

D3.2 过氧化氢(30%)。

D3.3 盐酸(1+1)。

D3.4 硝酸(1+3)。

D3.5 铁标准溶液:称取 0.100 0 g 金属铁(>99.99%)于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(D3.4),加热至溶解完全,煮沸除去氮的氧化物,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀至刻度混匀,此溶液 1 mL 含铁 0.1 mg。

## D4 仪器

原子吸收分光光度计,附铁空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标的仪器均可使用:

灵敏度:在与测量试样溶液的基体相一致的溶液中,铁的特征浓度应不大于 0.10  $\mu$ g/mL。

精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%。用最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成 5 段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.8。

仪器工作条件见表 D1。

表 D1

| 波长<br>nm | 灯电流<br>mA | 燃烧器高度<br>mm | 狭缝<br>nm | 空气流量<br>L/min | 乙炔流量<br>L/min |
|----------|-----------|-------------|----------|---------------|---------------|
| 248.3    | 2         | 7.5         | 0.2      | 4.5           | 1.0           |

**D5 分析步骤****D5.1 试料**

按表 D2 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 D2

| 铁含量<br>%    | 试料量<br>g | 测定体积<br>mL | 移取溶液体积<br>mL |
|-------------|----------|------------|--------------|
| 0.010~0.025 | 2.0      | 100        | —            |
| 0.025~0.05  | 1.0      | 100        | —            |
| 0.05~0.1    | 0.50     | 100        | —            |
| 0.1~0.5     | 1.0      | 100        | 10.00        |

**D5.2 空白试验**

随同试料做空白试验。

**D5.3 测定**

**D5.3.1** 将试料(D5.1)置于 250 mL 烧杯中,加 10~15 mL 盐酸(D3.3)和 1 mL 过氧化氢(D3.2),盖上表皿,低温加热至溶解完全,煮沸片刻,冷却,按表 D2 移入容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

**D5.3.2** 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计波长 248.3 nm 处,与标准溶液系列同时,以水调零测量溶液的吸光度,减去试样空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铁浓度。

**D5.4 工作曲线的绘制**

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 铁标准溶液(D3.5)于 100 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 盐酸(D3.3)以水稀释至刻度,混匀。以铁浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

**D6 分析结果的计算与表述**

按式(D1)计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}(\%) = \frac{c \cdot V \times 10^{-5}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (D1)$$

式中:  $c$ ——自工作曲线上查得的铁浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$V$ ——试液体积, mL;

$m$ ——试料的质量, g。

**D7 允许差**

实验室之间分析结果的差值应不大于表 D3 所列允许差。

表 D3

%

| 铁 含 量        | 允 许 差 |
|--------------|-------|
| 0.010~0.030  | 0.004 |
| >0.030~0.060 | 0.008 |
| >0.060~0.200 | 0.015 |
| >0.20~0.40   | 0.03  |

## 附录 E

(标准的附录)

## 火焰原子吸收光谱法测定镉量

## E1 范围

本方法适于锌粉中镉量的测定。测定范围:0.010%~0.40%。

## E2 方法提要

试料以盐酸、过氧化氢分解,在稀盐酸介质中于原子吸收分光光度计波长 228.8 nm 处,以空气-乙炔火焰测量镉的吸光度,按标准曲线法计算其含量。

## E3 试剂

E3.1 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

E3.2 过氧化氢(30%)。

E3.3 盐酸(1+1)。

E3.4 硝酸(1+3)。

E3.5 镉标准溶液:称取 0.100 0 g 金属镉(>99.99%)于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL 硝酸(E3.4),加热至溶解完全,煮沸除去氮的氧化物,取下冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀至刻度混匀,此溶液 1 mL 含镉 0.1 mg。

## E4 仪器

原子吸收分光光度计,附镉空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下,凡能达到下列指标的仪器均可使用:

灵敏度:在与测量试样溶液的基体相一致的溶液中,镉的特征浓度应不大于 0.1  $\mu$ g/mL。

精密度:用最高浓度的标准溶液测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过平均吸光度的 1.0%。用最低浓度的标准溶液(不是“零”标准溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。

工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分成 5 段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比,应不小于 0.8。

仪器工作条件见表 E1。

表 E1

| 波长<br>nm | 灯电流<br>mA | 燃烧器高度<br>mm | 狭缝<br>nm | 空气流量<br>L/min | 乙炔流量<br>L/min |
|----------|-----------|-------------|----------|---------------|---------------|
| 228.8    | 2         | 7.5         | 0.2      | 5.0           | 1.0           |

## E5 分析步骤

## E5.1 试料

按表 E2 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 E2

| 镉含量<br>%    | 试料量<br>g | 测定体积<br>mL | 移取溶液体积<br>mL |
|-------------|----------|------------|--------------|
| 0.010~0.025 | 2.0      | 100        | —            |
| 0.025~0.05  | 1.0      | 100        | —            |
| 0.05~0.1    | 0.50     | 100        | —            |
| 0.1~0.5     | 1.0      | 100        | 10.00        |

**E5.2 空白试验**

随同试料做空白试验。

**E5.3 测定**

**E5.3.1** 将试料(E5.1)置于 250 mL 烧杯中,加 10~15 mL 盐酸(E3.3)和 1 mL 过氧化氢(E3.2),盖上表皿,低温加热至溶解完全,煮沸片刻,冷却,按表 E2 移入容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

**E5.3.2** 使用空气-乙炔火焰,于原子吸收分光光度计波长 228.8 nm 处,与标准溶液系列同时,以水调零测量溶液的吸光度,减去试料空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的镉浓度。

**E5.4 工作曲线的绘制**

移取 0、1.00、2.00、3.00、4.00、5.00 mL 镉标准溶液(E3.5)于 100 mL 容量瓶中,分别加入 10 mL 盐酸(E3.3)以水稀释至刻度,混匀。以镉浓度为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

**E6 分析结果的计算与表述**

按式(E1)计算镉的百分含量:

$$\text{Cd}(\%) = \frac{c \cdot V \times 10^{-5}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{E1})$$

式中:  $c$ ——自工作曲线上查得的镉浓度,  $\mu\text{g/mL}$ ;

$V$ ——试液体积, mL;

$m$ ——试料的质量, g。

**E7 允许差**

实验室之间分析结果的差值应不大于表 E3 所列允许差。

表 E3

%

| 镉含量          | 允许差   |
|--------------|-------|
| 0.010~0.030  | 0.003 |
| >0.030~0.100 | 0.010 |
| >0.10~0.20   | 0.02  |
| >0.20~0.40   | 0.03  |

## 附录 F

(标准的附录)

## 重量法测定酸不溶物含量

## F1 范围

本方法适用于锌粉中酸不溶物含量的测定。

## F2 方法提要

试样用盐酸和少量硝酸溶解,过滤,洗涤残渣,烘干,称至恒重,重量法计算酸不溶物的含量。

## F3 试剂

F3.1 盐酸( $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ )。

F3.2 硝酸( $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ )。

F3.3 盐酸(1+1)。

F3.4 盐酸(1+49)。

F3.5 硝酸银溶液(10 g/L)。

## F4 仪器

玻璃坩埚 4 号(G4 漏斗)。

## F5 分析步骤

称取  $10 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$  试样于 300 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 盐酸(F3.3),盖上表皿,煮沸溶解(15~60 min),加入 1 mL 硝酸(F3.2),煮沸 10 min,取下冷却,用已恒重的玻璃坩埚过滤,用热的盐酸(F3.4)洗涤 5 次,用水洗涤烧杯和残渣至无氯离子(用硝酸银(F3.5)检查),将坩埚放入烘箱( $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ )烘 1 h,取出坩埚,放入干燥器中,冷却至室温,称至恒重。

## F6 分析结果的计算与表述

按式(F1)计算酸不溶物的百分含量:

$$\text{酸不溶物}(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{F1})$$

式中:  $m_1$ ——坩埚与残渣的总重量, g;

$m_2$ ——坩埚重量, g;

$m$ ——称取试样量, g。

## F7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 F1 所列允许差。

表 F1

%

| 酸不溶物含量  | 允许差  |
|---------|------|
| 0.1~0.3 | 0.03 |

附 录 G  
(标准的附录)  
重量法测定硫量

**G1 范围**

本方法适用于锌粉中硫量的测定。测定范围:0.1%~1.0%。

**G2 方法提要**

试料在 750~780℃经碳酸钠、氧化锌半熔后,用水溶解可溶物。并用氯化钡沉淀溶液中的硫酸根。沉淀经过滤、灼烧后称量,按硫酸钡的质量计算试料的硫含量。

**G3 试剂**

G3.1 无水碳酸钠(优级纯)。

G3.2 氧化锌(纯度>99.99%)。

G3.3 盐酸(优级纯)。

G3.4 甲基橙指示剂(1 g/L)。

G3.5 氯化钡溶液(100 g/L)。

G3.6 混合熔剂:无水碳酸钠 G(3.1)+氧化锌 G(3.2)按 1:2 比例放入研钵中研磨,混匀。

G3.7 硝酸银溶液(10 g/L)。

**G4 仪器**

G4.1 高温马弗炉。

G4.2 50 mL 瓷坩埚。

G4.3 10 mL 瓷坩埚。

G4.4 万分之一电子天平。

**G5 分析步骤****G5.1 试料**

称取试样 4.000 g,精确至 0.000 1 g。

**G5.2 空白试验**

随同试料作空白试验。

**G5.3 测定**

G5.3.1 将试料(G5.1)放入盛有 10 g(碳酸钠+氧化锌)混合熔剂的瓷坩埚内,翻转数次,使试料混合均匀,转入另一底铺有 2 g 混合熔剂的瓷坩埚内,再用 2 g 混合熔剂扫净瓷坩埚,并入一起。

G5.3.2 将盛有试料的瓷坩埚先赶走水分,再放入高温马弗炉 750~780℃灼烧,恒温 1~1.5 h 后,取出稍冷。

G5.3.3 将坩埚中的半熔物放入 500 mL 的烧杯中,用热水浸取熔块后,放到电热板上煮沸 2~3 min。趁热过滤于 500 mL 的烧杯中,用 2%的热碳酸钠洗涤烧杯 2~3 次,洗涤沉淀 8~10 次。

G5.3.4 将滤液用盐酸(G3.3)中和至甲基橙变成红色再过量 3 mL。

G5.3.5 将滤液保持体积 300 mL 加热煮沸,趁热徐徐加入煮沸的氯化钡溶液(G3.5)20 mL,边加入边搅拌,保温 1 h,静止 4 h。

G5.3.6 用定量滤纸过滤,用热水洗涤沉淀至无氯离子,用硝酸银(G3.7)溶液检验。

G5.3.7 将沉淀连同滤纸移入已恒重瓷坩埚内,烘干灰化、于 750~780℃灼烧至恒重,冷至室温后称量。

## G6 分析结果的计算与表述

按式(G1)计算硫的百分含量:

$$S(\%) = \frac{(m_1 - m_2 - m_3) \times 0.1374}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (G1)$$

式中:  $m_0$ ——试料的质量,g;

$m_1$ ——沉淀与瓷坩埚的质量,g;

$m_2$ ——瓷坩埚的质量,g;

$m_3$ ——空白的质量,g;

0.1374——硫酸钡换算为硫的换算系数。

## G7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 G1 所列允许差。

表 G1 %

| 硫 含 量      | 允 许 差 |
|------------|-------|
| >0.10~0.30 | 0.02  |
| >0.30~0.60 | 0.04  |
| >0.60~1.00 | 0.06  |

版权专有 不得翻印

\*

书号:155066·1-17160

定价: 12.00 元

\*

标 目 428—49