

团 体 标 准

T/GZBZ XX—202X

锆酸丁酯

Zirconium n-butoxide

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

广州市标准化协会 发布

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 要求 1

5 试验方法 2

 5.1 外观的测定 2

 5.2 色号的测定 2

 5.3 锆质量分数的测定 2

 5.4 杂质含量的测定 3

6 检验规则 6

 6.1 出厂检验和型式检验 6

 6.2 组批和取样 7

 6.3 判定 7

7 标志、包装、运输、贮存和保质期 7

 7.1 标志 7

 7.2 包装 7

 7.3 运输 7

 7.4 贮存 7

 7.5 保质期 7

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由深圳中钐科技集团有限公司提出。

本文件由广州市标准化协会归口。

本文件起草单位：深圳中钐科技集团有限公司、江西金合新材料有限公司、江西中钐新材料有限公司、有研资源环境技术研究院（北京）有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX、XXX。

锆酸丁酯

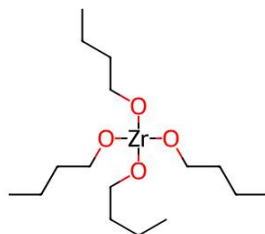
警示——本文件并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当安全 and 健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了锆酸丁酯的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输、贮存、保质期。

本文件适用于以四氯化锆为原料，与正丁醇有机合成制备的锆酸丁酯。

注：锆酸丁酯分子式为 $C_{16}H_{36}ZrO_4$ ，结构式如下，相对分子质量为383.68（按2022年国际相对原子质量）。



2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 190 危险货物包装标志
- GB/T 191 包装储运图示标志
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB 3143 液体化工产品颜色测定法(Hazen 单位-铂-钴色号)
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6680 液体化工产品采样通则
- GB 15258 化学品安全标签编写规定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

锆酸丁酯应符合表1的规定。需方如对产品的化学成分有特殊要求时，可由供需双方商定。

表 1 技术要求

项目		指标
外观		淡黄色液体，均匀透明，无目视可见的沉淀物
色号（铂-钴色号）/Hazen单位		≤ 250
锆（Zr）质量分数，%		≥ 16.5
杂质含量（质量分数），%	氯（Cl）	≤ 0.10
	铪（Hf）	≤ 0.2
	铁（Fe）	≤ 0.01
	铝（Al）	≤ 0.01
	钙（Ca）	≤ 0.01
	镁（Mg）	≤ 0.01
	钠（Na）	≤ 0.01
	硅（Si）	≤ 0.01
	铌（Nb）	≤ 0.05

5 试验方法

5.1 外观的测定

在自然光或日光灯下目视观察。

5.2 色号的测定

按 GB 3143 的规定进行。

5.3 锆质量分数的测定

5.3.1 方法提要

在 2.4 mol/L~3 mol/L 的热盐酸溶液中，加入苦杏仁酸使之生成难溶性的苦杏仁酸锆白色絮状沉淀，陈化后转变成结晶型沉淀。沉淀于 950 ℃灼烧，以氧化物形式称量。

5.3.2 试剂

5.3.2.1 10%硝酸，优级纯。

5.3.2.2 盐酸(6 mol/L)，优级纯。

5.3.2.3 氨水(6 mol/L)。

5.3.2.4 酚酞溶液(10 g/L)。

5.3.2.5 苦杏仁酸，优级纯。

5.3.3 仪器

马弗炉和高压溶样装置。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 试样

称取试样 0.50 g，精确至 0.0001 g。

5.3.4.2 测定次数

独立的进行两次测定，取其平均值。

5.3.4.3 测定

5.3.4.3.1 将试样(5.3.4.1)置于铂皿中，加入 10%硝酸(5.3.2.1)至试样完全溶解后，用水移入烧杯中，并稀释至 150 mL。

5.3.4.3.2 加入 3 滴酚酞溶液(5.3.2.4)，滴加 6 mol/L 氨水(5.3.2.3)沉淀杂质，过量数滴加至溶液变红色，加热至沸，取下。

5.3.4.3.3 趁热用中速定量滤纸过滤，并用热水洗涤，洗涤至中性。

5.3.4.3.4 将沉淀连同滤纸放回原烧杯中，加入 20 mL 的 6 mol/L 盐酸(5.3.2.2)，加热溶解沉淀并捣碎滤纸，用水稀释至 150 mL，加热至沸，取下。

5.3.4.3.5 加入 4 g 苦杏仁酸(5.3.2.5)，继续加热至沸后，静置 2 h 冷却。以中速定量滤纸过滤，用洗涤液洗涤沉淀和滤纸 6 次~8 次。将沉淀连同滤纸放在已灼烧至恒量的瓷坩埚中，烘干，灰化，在 950 ℃ 马弗炉中灼烧至恒量。

5.3.5 分析结果的计算

锆的质量分数 ω 计，数值以%表示，按公式(1)计算：

$$\omega = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times \frac{M_{Zr}}{M_{ZrO_2}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——沉淀与坩埚的质量，单位为克(g)；

m_2 ——空坩埚的质量，单位为克(g)；

m_0 ——试样的质量，单位为克(g)

M_{Zr} ——锆的摩尔质量(91.22 g/mol)；

M_{ZrO_2} ——二氧化锆的摩尔质量(123.22 g/mol)。

计算结果保留两位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 规定执行。

5.4 杂质含量的测定

5.4.1 氯含量的测定

5.4.1.1 原理

试样用 10%硝酸溶解，在硝酸介质中，氯离子与硝酸银生成氯化银悬浊液，以丙三醇作稳定剂，于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度。

5.4.1.2 试剂或材料

5.4.1.2.1 10%硝酸，优级纯。

5.4.1.2.2 1+1 硝酸，优级纯

5.4.1.2.3 丙三醇，优级纯。

5.4.1.2.4 硝酸银溶液(5 g/L)，贮存于棕色瓶中，优级纯。

5.4.1.2.5 氯标准贮存溶液：称取 0.1649 g 经 500 °C~600 °C 灼烧 1 h 并冷却至室温的氯化钠($\omega_{\text{NaCl}} \geq 99.95\%$)，用水溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 氯。

5.4.1.2.6 氯标准溶液：移取 25.00 mL 氯标准贮存溶液(5.4.1.2.5)于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 氯。

5.4.1.3 仪器设备

分光光度计。

5.4.1.4 试验步骤

5.4.1.4.1 试样

称取试样 0.50 g，精确至 0.0001 g。

5.4.1.4.2 平行试验

平行做两份试验，试验结果取其平均值。

5.4.1.4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.4.1.4.4 测定

5.4.1.4.4.1 将试样(5.4.1.4.1)置于 100 mL 石英烧杯中，以 5 mL 水润湿。加入 10%硝酸(5.4.1.2.1)，低温加热至试样溶解完全。冷却后移入 50 mL 棕色容量瓶中。

5.4.1.4.4.2 加入 5 mL 的 1+1 硝酸(5.4.1.2.2)，2 mL 丙三醇(5.4.1.2.3)，充分混匀，加入 2.5 mL 硝酸银溶液(5.4.1.2.4)，用水稀释至刻度，混匀。于 65 °C $\pm$ 5 °C 水浴放置 20 min，取出，冷却至室温。

5.4.1.4.4.3 移取部分溶液(5.4.1.4.4.2)于 3 cm 比色皿中，与随同试样的空白试验溶液(5.4.1.4.3)作为参比，于分光光度计波长 420 nm 处，测量其吸光度。

5.4.1.4.5 工作曲线的绘制

5.4.1.4.5.1 移取 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 氯标准溶液(5.4.1.2.6)分别置于一组 50 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至约 15 mL，后续操作按 5.4.1.4.4.2 进行。

5.4.1.4.5.2 移取部分溶液(5.4.1.4.5.1)于 3 cm 比色皿中，以工作曲线中零浓度溶液为参比，于分光光度计波长 420 nm 处测量吸光度。以氯量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。从工作曲线上查得相应的氯量。

5.4.1.5 试验数据处理

氯含量以氯的质量分数 ω_{Cl} 计，按公式(2)计算：

$$\omega_{\text{Cl}} = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ω_{Cl} ——试样中氯元素的质量分数，单位为百分含量(%)；

m_1 ——自工作曲线上查得的氯量，单位为微克(μg)；

m_0 ——试样的质量，单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。数值修约按 GB/T 8170 规定执行。

5.4.2 铅、铁、铝、钙、镁、钠、硅、铈含量的测定

5.4.2.1 原理

试样用 10%硝酸溶解，电感耦合等离子体质谱仪直接测定，按工作曲线法计算各元素的含量。以内标法校正仪器漂移和基体效应对测定的影响。

5.4.2.2 试剂

5.4.2.2.1 10%硝酸，MOS 级。

5.4.2.2.2 标准贮存溶液：铅、铁、铝、钙、镁、钠、硅、铈采用有效期内证书的单元素标准贮存溶液，质量浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.4.2.2.3 混合标准溶液：分别移取 1.00 mL 铅、铁、铝、钙、镁、钠标准贮存溶液（5.4.2.2.3）于 1000 mL 容量瓶中，加入 50 mL 分析纯硝酸，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 分别含 1 μg 铅、铁、铝、钙、镁、钠。

5.4.2.2.4 铈标准溶液：移取 1.00 mL 铈标准贮存溶液于 1000 mL 容量瓶中，加入 50 mL 分析纯硝酸，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 铈。

5.4.2.2.5 硅标准溶液：移取 1.00 mL 硅标准贮存溶液于 1000 mL 容量瓶中，加入 50 mL 分析纯硝酸，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 硅。

5.4.2.2.6 铈内标溶液：移取 1.00 mL 铈标准贮存溶液于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 分析纯硝酸，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 铈。

5.4.2.3 仪器设备

5.4.2.3.1 密闭加压微波消解装置：分为温度控制型和压力控制型，包括微波消解仪、氟塑料（如 PTFE、PFA、TFM 等）高压消解罐。温度控制型微波消解装置标称最高温度不低于 200 $^{\circ}\text{C}$ ；压力控制型微波消解装置标称最大压力不低于 10 MPa。

5.4.2.3.2 电感耦合等离子体质谱仪。配备碰撞反应池系统。在仪器最佳工作条件下，凡达到下列指标者均可使用：

——质量分辨率不大于 0.8 u；

——精密度：10 ng/mL 的铈标准溶液连续测量 10 次，信号强度的相对标准偏差不超过 5%。

5.4.2.4 试验步骤

5.4.2.4.1 试样

称取试样 0.50 g，精确至 0.0001 g。

5.4.2.4.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

5.4.2.4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

5.4.2.4.4 分析试液的制备

将试样(5.4.2.4.1)置于100 mL 石英烧杯中,以5 mL 水润湿。加入10%硝酸(5.4.2.2.1),低温加热至试样溶解完全。加入2 mL 硝酸(5.4.2.2.1),微波辅助消解直至试样溶解完全,取下冷却。移入100 mL 塑料容量瓶中,加入1 mL 铈内标溶液(5.4.2.2.7),用水稀释至刻度,混匀。

注: 铈内标溶液(5.4.2.2.7)也可采用在线方式加入。

5.4.2.4.5 系列标准溶液的制备

通过稀释混合标准溶液(5.4.2.2.4)、铈标准溶液(5.4.2.2.5)和硅标准溶液(5.4.2.2.6)配制待测元素系列标准溶液,浓度范围为1 ng/mL~100 ng/mL。系列标准溶液至少包括5个标准点。溶液中的酸性成分及铈内标溶液(5.4.2.2.7)的加入方式应与分析试液(5.4.2.4.4)保持一致。系列标准溶液应现配现用,不能隔夜放置。

5.4.2.4.6 测定

5.4.2.4.6.1 校准仪器,并建立数据采集方案。该方案包括但不限于:选择测定模式、输入干扰方程、选择待测元素同位素、设定积分时间等。

5.4.2.4.6.2 由低浓度到高浓度依次测定系列标准溶液(5.4.2.4.5)。以待测元素的质量浓度为横坐标,待测元素与内标元素信号强度的比值为纵坐标,绘制标准工作曲线。各元素工作曲线线性相关系数应 ≥ 0.995 。

5.4.2.4.6.3 依次测定空白溶液(5.4.2.4.3)及分析试液(5.4.2.4.4),软件自动进行数据处理,计算并输出空白溶液及样品溶液中各杂质元素的质量浓度。

5.4.2.5 试验数据处理

各元素含量以质量分数 ω_X 计,按式(3)计算:

$$\omega_X = \frac{(\rho_X - \rho_0) \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ρ_X ——分析试液中被测元素的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

ρ_0 ——空白溶液中被测元素的质量浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V ——溶液的总体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后4位。数值修约按照GB/T 8170的规定进行。

6 检验规则

6.1 出厂检验和型式检验

产品应由生产厂质量检验部门负责检验,生产厂应保证出厂产品都符合本文件的要求,每批出厂产品都应附有质量合格证书。外观、色号为出厂检验项目,型式检验项目为表1中的所有项目。正常生产的情况下,每3个月应至少进行一次型式检验。有下列情况之一是,也应进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产后重新恢复生产;

d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异。

6.2 组批和取样

6.2.1 在原材料、工艺不变的条件下，产品连续生产的实际批为一个组批。

6.2.2 按 GB/T 6678 和 GB/T 6680 的规定取样，每批产品取样总量应不少于 300 ml，混匀后分别装于两个洁净干燥的高密度聚乙烯材质小口试剂瓶中，密封并贴上标签。注明产品名称、生产日期或批号、取样日期和取样人，一瓶检验，一瓶留样。

6.3 判定

检验结果全部符合本文件要求时判定为合格。检验结果中若有指标不符合本文件要求时，则应重新取两倍样进行复检。复检结果全部符合本文件要求时，判定为合格，复检结果中仍有指标不符合本文件要求时，则判该批产品为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存和保质期

7.1 标志

产品包装上应有清晰牢固的标志，内容包括：生产单位名称和地址、产品名称、生产日期或批号，净含量、执行标准编号及 GB 190 中“易燃液体”和 GB/T 191 中“怕雨”标志等，并应有符合 GB 15258 规定的安全标签。

7.2 包装

产品应采用取得《危险化学品包装、容器》生产许可证企业生产的塑料桶密封包装。

7.3 运输

产品在运输过程中，应防火、防高温、防静电，并应轻装轻放，避免撞击，以防包装破损和泄露，并应符合危险货物运输的有关规定。

7.4 贮存

产品应贮存在阴凉、通风、干燥的库房，应防火、防高温、防静电，防止暴晒和雨淋。

7.5 保质期

在符合规定的贮运条件、包装完整、未经启封的情况下，产品保质期应不少于 12 个月。
