

ICS 71.060.50  
G 12  
备案号:37829—2013

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2772—2012

代替 HG/T 2772—2004

---

### 工业八水合二氯化锆(氯化锆)

Zirconium oxychloride, octa hydrate for industrial use

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 2772—2004《工业八水合二氯化锆(氯氧化锆)》，与 HG/T 2772—2004 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 删除了采用苦杏仁酸重量法测定锆铪含量的方法(见 2004 年版的 4.3)。
- 增加了采用配合滴定法测定锆铪含量的方法(见 6.4)。
- 删除了附录 A(见 2004 年版的附录 A)。

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无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位：浙江锆谷科技有限公司、河南佰利联化学股份有限公司、广东东方锆业科技股份有限公司、中海油天津化工研究设计院、宜兴新兴锆业有限公司。

本标准主要起草人：蒋东民、陈建立、陈潮钿、赵美敬、杨新民、廉晓燕。

本标准历次版本发布情况为：

- HG/T 2772—1996、HG/T 2772—2004。

# 工业八水合二氯化锆(氯氧化锆)

## 1 范围

本标准规定了工业八水合二氯化锆(氯氧化锆)的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于主要作为制造锆制品的原料。也可作为橡胶、造纸工业的添加剂,涂料干燥剂及耐火材料、陶瓷釉和纺织工业处理剂等的工业八水合二氯化锆(氯氧化锆)。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法

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

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 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分:制剂及制品的制备

YS/T 568.3—2008 氧化锆、氧化铪化学分析方法 硅量的测定 钼蓝分光光度法

YS/T 568.6—2008 氧化锆、氧化铪化学分析方法 钛量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法

## 3 分子式和相对分子质量

分子式: $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量:322.25(按2010年国际相对原子质量)

## 4 分类

本标准按产品含量不同分为两个规格:ZOC-36、ZOC-35。

## 5 要求

5.1 外观:白色或微黄色针状结晶。

5.2 工业八水合二氯化锆(氯氧化锆)按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表 1 技术要求

项目		指标	
		ZOC-36	ZOC-35
锆铪含量[以(ZrO <sub>2</sub> )计]w/%	≥	36.0	35.0
氧化铁(Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )w/%	≤	0.002	0.003
二氧化硅(SiO <sub>2</sub> )w/%	≤	0.01	0.03
氧化钠(Na <sub>2</sub> O)w/%	≤	0.005	0.01
二氧化钛(TiO <sub>2</sub> )w/%	≤	0.001	0.002
氧化钙(CaO)w/%	≤	0.01	0.02
硫酸盐(以 SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> 计)w/%	≤	0.005	0.008

## 6 试验方法

### 6.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作者须小心谨慎!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。试验中所需标准滴定溶液、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 之规定制备。

### 6.3 外观检验

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

### 6.4 锆铪含量的测定

#### 6.4.1 方法提要

在盐酸介质中,锆氧离子(ZrO<sup>2+</sup>)与指示剂二甲酚橙生成红色配合物。用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,锆与二甲酚橙的配合物被破坏,溶液呈黄色即为终点。

#### 6.4.2 试剂

6.4.2.1 焦硫酸钾。

6.4.2.2 盐酸羟胺。

6.4.2.3 氨水。

6.4.2.4 盐酸。

6.4.2.5 盐酸溶液:1+1。

6.4.2.6 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液:ρ(EDTA)≈3 g/L;

配制:称取 9.5 g 乙二胺四乙酸二钠,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中。加入 150 mL 水,在电炉上加热溶解,冷却至室温后,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

标定:称取约 0.25 g 已于 105℃±2℃干燥至质量恒定的光谱纯二氧化锆,精确至 0.000 1 g,置于盛有 2 g 焦硫酸钾的瓷坩埚中,再称取 4 g 焦硫酸钾覆盖在试样上,在 800℃±25℃的高温炉中熔融 15 min~20 min,取出,冷却至室温后,用约 10 mL 盐酸溶液浸出熔块,全部转移至 250 mL 烧杯中,盖上表面皿,加热溶解后,全部转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

移取 50.00 mL 上述溶液,置于 250 mL 烧杯中,加入 4 滴酚酞指示液,加入氨水直至溶液沉淀完全(溶液变为红色)并过量数滴,盖上表面皿,加热至沸,趁热用中速定性滤纸过滤。用热水洗至滤液加入酚酞指示液无红色为止,将沉淀物连同滤纸放回原烧杯中,加 150 mL 水,15 mL 盐酸,置于电炉上加热煮沸直至沉淀溶解。再加入约 0.5 g 盐酸羟胺,盖上表面皿,继续煮沸 2 min~3 min。加入适量二甲酚

橙指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,直至煮沸后溶液不再变为红色即为滴定终点。

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)与测定试验溶液相同。

EDTA 标准滴定溶液的浓度以每升相当于二氧化锆的质量  $\rho$  计,数值以克每升(g/L)表示,按式(1)计算:

$$\rho = \frac{m \times w \times 50/250}{(V - V_0)/1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m$ ——所用光谱纯二氧化锆的质量的数值,单位为克(g);

$w$ ——光谱纯二氧化锆的质量分数,以%表示;

$V$ ——滴定消耗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);

$V_0$ ——滴定空白溶液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)。

每人三次平行测定数据的极差与平均值之比不得大于 0.2%,两人测定结果之差与两人测定结果平均值之比不得大于 0.2%。

#### 6.4.2.7 二甲酚橙指示剂;

称取 1 g 二甲酚橙与 99 g 硝酸钾在研钵中混匀,研细。

#### 6.4.2.8 酚酞指示液:10 g/L。

#### 6.4.3 仪器、设备

##### 6.4.3.1 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

##### 6.4.3.2 高温炉:温度能控制在 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

#### 6.4.4 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水,加热溶解。冷却后,全部转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取 5.00 mL 试验溶液,置于锥形瓶中,加水约 100 mL,加盐酸 10 mL,加约 0.5 g 盐酸羟胺,在电炉上加热煮沸,加入适量二甲酚橙指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,直至煮沸后不再变红为终点。

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)与测定试验溶液相同。

#### 6.4.5 结果计算

锆铪含量以二氧化锆( $\text{ZrO}_2$ )的质量分数  $w_1$  计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{\rho(V - V_0)/1000}{m \times 5/250} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\rho$ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为克每升(g/L);

$V$ ——滴定试验溶液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);

$V_0$ ——滴定空白试验溶液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);

$m$ ——试料质量的数值,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 0.2%。

#### 6.5 氧化铁含量的测定

##### 6.5.1 邻菲罗啉分光光度法(仲裁法)

##### 6.5.1.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

## 6.5.1.2 试剂

## 6.5.1.2.1 盐酸溶液:1+1。

## 6.5.1.2.2 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.010 mg;

移取 1.00 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。此溶液现用现配。

## 6.5.1.2.3 双掩蔽剂;

配制 0.25 mol/L 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液与 0.5 mol/L 柠檬酸三铵溶液等体积混合。

## 6.5.1.2.4 其他试剂同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

## 6.5.1.3 仪器、设备

同 GB/T 3049—2006 第 5 章。

## 6.5.1.4 分析步骤

## 6.5.1.4.1 试验溶液 A 的制备

称取 10 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 水,5 mL 盐酸溶液,加热溶解。冷却后全部转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于氧化铁含量以及二氧化钛含量的测定。

## 6.5.1.4.2 工作曲线的绘制

取 6 个 100 mL 容量瓶,分别移取 0.00 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、9.00 mL 铁标准溶液,加适量的水,加 40 mL 双掩蔽剂,用氨水或盐酸调 pH≈2(用精密 pH 试纸检验)。加 2.5 mL 抗坏血酸溶液,20 mL 缓冲溶液及 5 mL 邻菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 30 min 后,使用 4 cm 或 5 cm 比色皿,用水调零,在分光光度计上于波长 510 nm 处测其吸光度。从每个标准比色液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以铁质量为横坐标,所对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 6.5.1.4.3 测定

移取 25.00 mL 试验溶液 A,置于 100 mL 容量瓶中,按 6.5.1.4.2 条从“加入 40 mL 双掩蔽剂……”开始进行操作。同时同样处理空白试验溶液。从工作曲线上查出相应的铁质量。

## 6.5.1.5 结果计算

氧化铁含量以三氧化二铁( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )的质量分数  $w_2$  计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) / 1000 \times 1.430}{m \times 25 / 250} \times 100 \quad (3)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

1.430——铁换算为三氧化二铁的系数。

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 0.000 5 %。

## 6.5.2 原子吸收光谱法

## 6.5.2.1 方法提要

试样用盐酸溶解,在酸性介质中用原子吸收光谱仪测量其吸光度。从基体溶液的工作曲线上查出铁的质量,从而计算出样品中氧化铁的含量。

## 6.5.2.2 试剂

## 6.5.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.5.2.2.2 氯氧化锆基体溶液: $c(\text{ZrOCl}_2) = 100 \text{ g/L}$ ;

用于基体校正的氯氧化锆由氯氧化锆重结晶两次制得高纯氯氧化锆。称取 10 g 用于基体校正的氯氧化锆样品,精确至 0.000 2 g,加 20 mL 水,10 mL 盐酸,加热溶解,冷却后全部转移至 100 mL 容量

瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

#### 6.5.2.2.3 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。

#### 6.5.2.2.4 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

#### 6.5.2.3 仪器

原子吸收光谱仪:配有铁空心阴极灯。

#### 6.5.2.4 分析步骤

##### 6.5.2.4.1 工作曲线的绘制

取 4 个 100 mL 容量瓶,分别移取 20.00 mL 氯氧化锆基体溶液及 10 mL 盐酸溶液,再分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铁标准溶液,用二级水稀释至刻度,摇匀。

使用原子吸收光谱仪在 283.3 nm 处,使用空气-乙炔火焰,以二级水调零,测量其吸光度。以铁浓度为横坐标,所对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

##### 6.5.2.4.2 测定

移取 50.00 mL 试验溶液 A(6.5.1.4.1)于 100 mL 的容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。测其试样的吸光度,从工作曲线上查出试验溶液中铁的浓度。

#### 6.5.2.5 结果计算

氧化铁含量以三氧化二铁( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )的质量分数  $w_2$  计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{(\rho \times 100) / 1\,000 \times 1.430}{m \times 50 / 250} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$\rho$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

1.430——铁换算为三氧化二铁的系数。

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 0.000 5 %。

### 6.6 二氧化硅含量的测定

#### 6.6.1 方法提要

同 YS/T 568.3—2008 第 2 章。

#### 6.6.2 试剂

同 YS/T 568.3—2008 第 3 章。

#### 6.6.3 仪器、设备

同 YS/T 568.3—2008 第 4 章。

#### 6.6.4 分析步骤

##### 6.6.4.1 工作曲线的绘制

称取约 4 g 试样,精确至 0.01 g,置于铂坩埚内,加水润湿,加入 2 mL 氢氟酸和 1 mL 硫酸,在电炉上加热至试样完全溶解,并蒸发至近干,冷却。用水吹洗器壁,再蒸发至冒尽白烟,冷却。加入 2 mL 氢氟酸,微热溶解盐类,用水转移至聚乙烯瓶中,并稀释至 60 mL,摇匀。分别移取 10.00 mL,置于 6 个聚乙烯烧杯中,以下按 YS/T 568.3—2008 第 5.5 条从“稀释至 60 mL……”开始进行操作。

注:波长的选择为 700 nm,不同仪器型号可选择大于 700 nm 的最佳吸收波长。

##### 6.6.4.2 测定

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 150 mL 聚乙烯烧杯中,用水润湿,加 20 滴氢氟酸,于沸水浴上加热 5 min,加水至 60 mL。以下按 YS/T 568.3—2008 第 5.4 条从“加入 2.5 g 硼酸……”开始进行操作。同时同样处理空白试验溶液。从工作曲线上查出相应的硅质量。

### 6.6.5 结果计算

二氧化硅含量以二氧化硅( $\text{SiO}_2$ )的质量分数  $w_3$  计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0)/1000 \times 2.139}{m} \times 100 \quad (5)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中硅质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中硅质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

2.139——硅换算为二氧化硅的系数。

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%。

## 6.7 氧化钠含量的测定

### 6.7.1 方法提要

用水溶解试样,采用标准加入法,在原子吸收光谱仪上,用波长589.0 nm线,以空气-乙炔火焰,测定氧化钠的含量。

### 6.7.2 试剂

6.7.2.1 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)0.010 mg;

移取1.00 mL 按HG/T 3696.2要求配制的钠标准溶液,置于100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.7.2.2 二级水:符合GB/T 6682—2008的规定。

### 6.7.3 仪器、设备

原子吸收光谱仪:配有钠空心阴极灯。

### 6.7.4 分析步骤

称取1.0 g~2.0 g 试样,精确至0.001 g,置于100 mL 烧杯中,加入30 mL 二级水,全部转移至100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。

取4个100 mL 容量瓶,分别移取20.00 mL 上述试验溶液,再分别移取0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 钠标准溶液,用二级水稀释至刻度,摇匀。

使用原子吸收光谱仪在589.0 nm处,使用空气-乙炔火焰,以二级水调零,测量其吸光度。以钠浓度为横坐标,所对应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长线与横坐标相交,相交点为测定试验溶液中钠浓度。

### 6.7.5 结果计算

氧化钠含量以氧化钠( $\text{Na}_2\text{O}$ )的质量分数  $w_4$  计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_4 = \frac{(\rho \times 100)/1000 \times 1.348}{m \times 20/100} \times 100 \quad (6)$$

式中:

$\rho$ ——从曲线外延所得的试验溶液中钠浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

1.348——钠换算为氧化钠的系数。

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0.001%。

## 6.8 二氧化钛含量的测定

### 6.8.1 方法提要

同YS/T 568.6—2008第2章。

### 6.8.2 试剂

6.8.2.1 草酸。

6.8.2.2 盐酸溶液:1+1。

6.8.2.3 钛标准溶液:1 mL 溶液含钛(Ti)0.010 mg;

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的钛标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.8.2.4 其他试剂同 YS/T 568.6—2008 第 3 章。

6.8.3 仪器、设备

同 YS/T 568.6—2008 第 4 章。

6.8.4 分析步骤

6.8.4.1 工作曲线的绘制

取 6 个 50 mL 容量瓶中,分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 钛标准溶液,各加入 4 mL 盐酸溶液、7 mL 草酸溶液、1 mL 抗坏血酸溶液,摇匀,稍等片刻,加入 4 mL 盐酸,15 mL 二安替吡啉甲烷溶液,摇匀。置于沸水浴中加热 30 min,冷却后,用水稀释至刻度,摇匀。使用 3 cm 比色皿,用水调零,在分光光度计上于波长 390 nm 处测其吸光度。从每个标准比色液的吸光度中减去试剂空白溶液的吸光度,以钛质量为横坐标,所对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

注:不同仪器型号可选择大于 390 nm 的最佳吸收波长。

6.8.4.2 试样的测定

移取 25.00 mL 试验溶液 A(6.5.1.4.1),置于 100 mL 烧杯中,加入 1.5 g~2.0 g 草酸,稍稍加热,冷却。全部转移至 50 mL 容量瓶中,加入 1 mL 抗坏血酸溶液,摇匀,稍等片刻,以下按 6.8.4.1 从“加入 4 mL 盐酸……”开始进行操作。同时同样处理空白试验溶液,从工作曲线上查出相应的钛质量。

6.8.5 结果计算

二氧化钛含量以二氧化钛( $\text{TiO}_2$ )的质量分数  $w_5$  计,数值以 % 表示,按式(7)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) / 1000 \times 1.668}{m \times 25 / 250} \times 100 \quad (7)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中钛质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中钛质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

1.668——钛换算为二氧化钛的系数。

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 0.000 1 %。

6.9 氧化钙含量的测定

6.9.1 方法提要

用水溶解试样,采用标准加入法,在原子吸收光谱仪上,用波长 422.7 nm 线,以空气-乙炔火焰,测定氧化钙的含量。

6.9.2 试剂

6.9.2.1 氯化镧溶液:100 g/L;

称取 10 g 光谱纯氯化镧,精确至 0.01 g,加水溶解后,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.9.2.2 钙标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)0.10 mg;

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

6.9.2.3 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

6.9.3 仪器

原子吸收光谱仪:配有钙空心阴极灯。

#### 6.9.4 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.001 g,置于 100 mL 烧杯中,加二级水溶解后,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。

取 4 个 100 mL 容量瓶,分别移取 10.00 mL 上述试验溶液和 2 mL 氯化镧溶液,再分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 钙标准溶液,用二级水稀释至刻度,摇匀。

使用原子吸收光谱仪在 422.7 nm 处,使用空气-乙炔火焰,以二级水调零,测量其吸光度。以钙浓度为横坐标,所对应的吸光度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向延长线与横坐标相交,相交点为测定试验溶液中钙浓度。

#### 6.9.5 结果计算

氧化钙含量以氧化钙(CaO)的质量分数  $w_6$  计,数值以 % 表示,按式(8)计算:

$$w_6 = \frac{(\rho \times 100) / 1000 \times 1.399}{m \times 10 / 100} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

$\rho$ ——从曲线外延所得的试验溶液中钙浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

$m$ ——试样质量的数值,单位为克(g);

1.399——钙换算为氧化钙的系数。

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 0.002 %。

### 6.10 硫酸盐含量的测定

#### 6.10.1 方法提要

用水溶解试样,在酸性介质中加入氯化钡溶液,产生硫酸钡白色沉淀,以目视比浊与同时同样处理的标准比浊溶液对比。

#### 6.10.2 试剂

6.10.2.1 丙三醇。

6.10.2.2 盐酸溶液:1+1。

6.10.2.3 氯化钡溶液:100 g/L。

6.10.2.4 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含有硫酸盐(SO<sub>4</sub>)0.10 mg;

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求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。

#### 6.10.3 分析步骤

称取 2.00 g±0.01 g 试样,置于 25 mL 烧杯中,加水溶解,全部转移至 50 mL 比色管中,加入 0.4 mL 盐酸溶液和 25 mL 水,加入 2 mL~3 mL 丙三醇、2 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 30 min 后,所产生的白色浑浊不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是按下列规定移取硫酸盐标准溶液,与试样同时同样处理。

ZOC-36 型:1.00 mL;ZOC-35 型:1.60 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

要求中规定的所有七项指标项目为型式检验项目。在正常生产情况下,每两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

以氢氧化钠分解法生产的产品中锆钪含量、氧化铁含量、二氧化硅含量、氧化钠含量、二氧化钛含量、硫酸盐含量六项指标为出厂检验项目,应逐批检验。以氧化钙法生产的产品锆钪含量、氧化铁含量、二氧化硅含量、二氧化钛含量、氧化钙含量、硫酸盐含量六项指标为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 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规格的工业八水合二氯氧化锆(氯氧化锆)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。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插至料层深度的 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、规格、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 检验结果如有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,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

7.5 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 工业八水合二氯氧化锆(氯氧化锆)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、规格、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的工业八水合二氯氧化锆(氯氧化锆)都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、规格、净含量、批号或生产日期、本标准编号。

## 9 包装、运输、贮存

9.1 工业八水合二氯氧化锆(氯氧化锆)的内包装采用两种包装方式,一种采用双层聚乙烯塑料薄膜袋;另一种采用单层聚乙烯塑料薄膜袋。内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳两层分别扎紧,或用与其相当的其他方式封口。外包装采用复合塑料编织袋,外袋用维尼龙线或其他质量相当的线牢固缝合。每袋净含量为 25 kg 或 50 kg,或根据用户要求协商确定包装形式和净含量。

9.2 工业八水合二氯氧化锆(氯氧化锆)在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。

9.3 工业八水合二氯氧化锆(氯氧化锆)应贮存在阴凉干燥处,防止雨淋、受潮。

中华人民共和国  
化工行业标准  
工业八水合二氧化锆(氯氧化锆)  
HG/T 2772—2012

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)

化学工业出版社印刷厂  
880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$  字数20千字  
2013年2月北京第1版第1次印刷  
书号:155025·1336

---

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:12.00元

版权所有 违者必究