

团 体 标 准

T/GZBZ 61—202X

代替 T/GZBZ 61—2025

锆酸丁酯

Zirconium n-butoxide

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 2

4 要求 2

5 试验方法 2

 5.1 一般规定 2

 5.2 外观的测定 3

 5.3 色号的测定 3

 5.4 锆（Zr）含量的测定 3

 5.5 固含量的测定 4

 5.6 杂质含量的测定 5

 5.7 净含量 8

6 检验规则 8

 6.1 出厂检验和型式检验 8

 6.2 组批和取样 8

 6.3 判定 8

7 标签标志、化学品安全技术说明书、包装、运输、贮存及保质期 9

 7.1 标签标志、化学品安全技术说明书 9

 7.2 包装 9

 7.3 运输 9

 7.4 贮存 9

 7.5 保质期 9

参考文献 10

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。

本文件代替T/GZBZ 61—2025《铅酸丁酯》，与T/GZBZ 61—2025相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了铅含量的测定的仲裁方法；
- b) 更新了 6.1 出厂检验的项目；
- c) 增加了 7.1 标签中 CAS 号、UN 编号和 GHS 分类信息的要求；
- d) 增加了 7.3 运输中的相关要求。

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。

本文件由深圳中铅科技集团有限公司提出。

本文件由广州市标准化协会归口。

本文件由深圳中铅科技集团有限公司负责具体技术内容的解释。

本文件起草单位：深圳中铅科技集团有限公司、江西金合新材料有限公司、江西中铅新材料有限公司、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。

锆酸丁酯

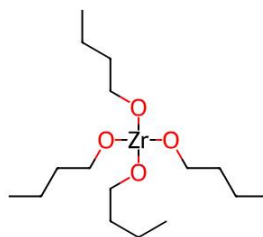
警示——本文件并未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了锆酸丁酯的要求、试验方法、检验规则和标签标志、化学品安全技术说明书、包装、运输、贮存及保质期。

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工业用锆酸丁酯。

注：锆酸丁酯，又名锆酸四丁酯、正丁醇锆、四正丁氧基锆、四丁氧基锆、四正丁基锆酸酯。分子式为 $C_{16}H_{36}ZrO_4$ ，结构式如下，相对分子质量为383.68（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 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/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

GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB 15603 危险化学品仓库储存通则

GB/T 17519 化学品安全技术说明书编写指南

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

JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

JT/T 617（所有部分） 危险货物道路运输规则

YS/T 568.1—2008 氧化锆、氧化铪化学分析方法 氧化锆和氧化铪含量的测定 苦杏仁酸重量法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 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）含量（质量分数），%		≥16.5
固含量，%		≥70
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

4.2 净含量应符合国家市场监督管理总局令第70号《定量包装商品计量监督管理办法》的规定。

5 试验方法

5.1 一般规定

5.1.1 试验环境要求

在进行试验之前，应确保试验环境满足以下条件：

- a) 实验室温度应保持在 $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ 范围内;
- b) 实验室相对湿度应控制在 $(50 \pm 10)\%$ 范围内;
- c) 试验区域应保持清洁,无灰尘、无腐蚀性气体;
- d) 实验室应具备良好的通风条件,确保有毒有害气体能够及时排出;
- e) 应采取措施减少电磁干扰,确保仪器测量的准确性。

5.1.2 试剂要求

本文件中所用试剂和水,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。试验中所需标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.2 外观的测定

在自然光或日光灯下目视观察。

5.3 色号的测定

按 GB 3143 的规定进行。

5.4 锆(Zr)含量的测定

5.4.1 原理

在热盐酸溶液中,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°C 灼烧,以氧化物形式称量。

5.4.2 试剂

- 5.4.2.1 10%硝酸,优级纯。
- 5.4.2.2 盐酸(6 mol/L),优级纯。
- 5.4.2.3 氨水(6 mol/L)。
- 5.4.2.4 酚酞溶液(10 g/L)。
- 5.4.2.5 苦杏仁酸,优级纯。
- 5.4.2.6 去离子水。

5.4.3 仪器设备

铂皿、烧杯、中速定量滤纸、瓷坩埚、电子天平、马弗炉等。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 试样

同时称取两份试样各 0.50 g,精确至 0.0001 g。

5.4.4.2 平行试验

平行做两份试验,试验结果取其平均值。

5.4.4.3 测定

5.4.4.3.1 将试样（5.4.4.1）置于铂皿中，加入硝酸（5.4.2.1）至试样完全溶解后，用少量去离子水（约 20 mL）重复冲洗 3 次铂皿内壁，将洗涤液全部转移至烧杯，并稀释至 150 mL。

5.4.4.3.2 加入 3 滴酚酞溶液（5.4.2.4），滴加氨水（5.4.2.3）沉淀杂质，过量数滴加至溶液变红色，加热至沸，取下。

5.4.4.3.3 趁热用中速定量滤纸过滤，并用 70 °C~80 °C 热水洗涤，洗涤至中性。

5.4.4.3.4 将沉淀连同滤纸放回原烧杯中，加入 20 mL 的盐酸（5.4.2.2），加热溶解沉淀并捣碎滤纸，用水稀释至 150 mL，加热至沸，取下。

5.4.4.3.5 加入 4 g 苦杏仁酸（5.4.2.5），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 °C 马弗炉中灼烧至恒量。

5.4.5 分析结果的计算

锆（Zr）含量以锆的质量分数 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：

ω ——试样中锆（Zr）含量的质量分数，单位为百分含量（%）；

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_{Zr} ——锆的摩尔质量（91.22 g/mol）；

m_0 ——试样的质量，单位为克（g）；

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。

5.4.6 以 YS/T 568.1—2008 苦杏仁酸重量法测出的氧化锆质量经 5.4.5 公式转换后为锆（Zr）含量测定的仲裁方法。

5.5 固含量的测定

5.5.1 试剂

丙酮，分析纯。

5.5.2 仪器设备

真空干燥箱、玻璃称量皿（铝箔盘）等。

5.5.3 分析步骤

5.5.3.1 试样

称取试样各 1.0 g，精确至 0.0001 g。

5.5.3.2 测定

5.5.3.2.1 将玻璃称量皿（铝箔盘）用丙酮清洗并干燥。放入 120 °C 烘箱中干燥 1 h。取出后立即放入干燥器冷却至室温（约 30 min）。用分析天平称重，记录质量（至少重复 2 次，偏差 \leq 0.0002 g）。

5.5.3.2.2 将试样置于已恒重的称量皿中放入真空干燥箱，设置 80 °C 和 0.67 kPa 真空干燥 4 h，烘至恒重后，记录残留固体质量。

5.5.4 试验数据处理

固含量数值以%表示，按公式（2）计算：

$$\omega_g = \frac{w_3 - w_1}{w_2 - w_1} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

ω_g ——试样的固含量，单位为百分含量(%)

w_3 ——试样烘至恒重后残留固体质量，单位为克（g）；

w_1 ——恒重称量皿的基准质量，单位为克（g）；

w_2 ——试样初始质量，单位为克（g）。

5.6 杂质含量的测定

5.6.1 氯（Cl）含量的测定

5.6.1.1 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。

5.6.1.2 试剂或材料

5.6.1.2.1 10%硝酸，优级纯。

5.6.1.2.2 硝酸（1+1），优级纯。

5.6.1.2.3 丙三醇，优级纯。

5.6.1.2.4 硝酸银溶液（5 g/L），贮存于棕色瓶中，优级纯。

5.6.1.2.5 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。

5.6.1.2.6 氯标准溶液：移取 25.00 mL 氯标准贮存溶液（5.6.1.2.5）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。

5.6.1.3 仪器设备

石英烧杯、棕色容量瓶、天平、分光光度计、比色皿等。

5.6.1.4 试验步骤

5.6.1.4.1 试样

同时称取两份试样各 0.50 g，精确至 0.0001 g。

5.6.1.4.2 平行试验

平行做两份试验，试验结果取其平均值。

5.6.1.4.3 空白试验

随同试样制备空白试验溶液，做空白试验。

5.6.1.4.4 测定

5.6.1.4.4.1 将试样(5.6.1.4.1)置于100 mL 石英烧杯中,以5 mL 水润湿。加入硝酸(5.6.1.2.1),低温加热至试样完全溶解。冷却后移入50 mL 棕色容量瓶中。

5.6.1.4.4.2 加入5 mL 的硝酸(5.6.1.2.2),2 mL 丙三醇(5.6.1.2.3),充分混匀,加入2.5 mL 硝酸银溶液(5.6.1.2.4),用水稀释至刻度,混匀。于65℃±5℃水浴放置20 min,取出,冷却至室温。

5.6.1.4.4.3 移取部分溶液(5.6.1.4.4.2)于3 cm 比色皿中,与随同试样的空白试验溶液(5.6.1.4.3)作为参比,于分光光度计波长420 nm 处,测量其吸光度。

5.6.1.4.5 工作曲线的绘制

5.6.1.4.5.1 移取0 mL、0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 氯标准溶液(5.6.1.2.6)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5.6.1.4.4.2 进行。

5.6.1.4.5.2 移取部分溶液(5.6.1.4.5.1)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。

5.6.1.5 试验数据处理

氯(Cl)含量以氯的质量分数 ω_{Cl} 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$\omega_{\text{Cl}} = \frac{m_4 \times 10^{-6}}{m_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ω_{Cl} ——试样中氯元素的质量分数,单位为百分含量(%);

m_4 ——从工作曲线上查得的氯量,单位为微克(μg);

m_3 ——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。

5.6.2 铅、铁、铝、钙、镁、钠、硅、铋含量的测定

5.6.2.1 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。

5.6.2.2 试剂

5.6.2.2.1 10%硝酸, MOS 级。

注: MOS 级为金属氧化物半导体电路专用高纯试剂。

5.6.2.2.2 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$), MOS 级。

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

5.6.2.2.4 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(5.6.2.2.3)于1000 mL 容量瓶中,加入50 mL 硝酸(5.6.2.2.2),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。

5.6.2.2.5 硅标准溶液：移取 1.00 mL 硅标准贮存溶液（5.6.2.2.3）于 1000 mL 容量瓶中，加入 50 mL 硝酸（5.6.2.2.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 硅。

5.6.2.2.6 铈标准溶液：移取 1.00 mL 铈标准贮存溶液（5.6.2.2.3）于 1000 mL 容量瓶中，加入 50 mL 硝酸（5.6.2.2.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 铈。

5.6.2.2.7 铈内标溶液：移取 1.00 mL 铈标准贮存溶液（5.6.2.2.3）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 硝酸（5.6.2.2.2），用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 铈。

5.6.2.3 仪器设备

5.6.2.3.1 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。

5.6.2.3.2 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%。

5.6.2.3.3 石英烧杯、塑料容量瓶、天平。

5.6.2.4 试验步骤

5.6.2.4.1 试样

同时称取两份试样各 0.50 g，精确至 0.0001 g。

5.6.2.4.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

5.6.2.4.3 空白试验

随同试样制备空白试验溶液，做空白试验。

5.6.2.4.4 分析试液的制备

将试样（5.6.2.4.1）置于 100 mL 石英烧杯中，以 5 mL 水润湿。加入 10%硝酸（5.6.2.2.1），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（5.6.2.2.7），用水稀释至刻度，混匀。

注：铈内标溶液（5.6.2.2.7）也可采用在线方式加入。

5.6.2.4.5 系列标准溶液的制备

通过稀释混合标准溶液（5.6.2.2.4）、硅标准溶液（5.6.2.2.5）和铈标准溶液（5.6.2.2.6）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（5.6.2.2.7）的加入方式应与分析试液（5.6.2.4.4）保持一致。系列标准溶液应现配现用，不能隔夜放置。

5.6.2.4.6 测定

5.6.2.4.6.1 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。

5.6.2.4.6.2 由低浓度到高浓度依次测定系列标准溶液（5.6.2.4.5）。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 。

5.6.2.4.6.3 依次测定空白试验溶液（5.6.2.4.3）及分析试液（5.6.2.4.4），软件自动进行数据处理，计算并输出空白试验溶液及样品溶液中各杂质元素的质量浓度。

5.6.2.5 试验数据处理

各元素含量以质量分数 ω_i 计，数值以%表示，按式（4）计算：

$$\omega_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \cdot V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

ω_i ——试样中各元素的质量分数，单位为百分含量(%)；

ρ_i ——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 ——空白试验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。

5.7 净含量

按 JJF 1070 的规定进行。

6 检验规则

6.1 出厂检验和型式检验

应由生产厂质量检验部门负责检验产品，保证出厂产品符合本文件的要求，每批出厂产品应附有质量合格证书。出厂检验项目为外观、色号，型式检验项目为表1中的所有项目。正常生产的情况下，每年应至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，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；
- e) 国家行业管理部门和质量监督机构提出要求时。

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，则判定该批产品为不合格。

7 标签标志、化学品安全技术说明书、包装、运输、贮存及保质期

7.1 标签标志、化学品安全技术说明书

标签、标志、化学品安全技术说明书应符合《危险化学品安全管理条例》的要求：

- a) 安全标签应符合 GB 15258 规定，内容包括：化学品名称、CAS 号和 UN 编号、象形图、信号词、GHS 分类信息、危险性说明、防范说明、供应商名称、地址、电话信息、应急咨询电话、资料参阅提示语等；
- b) 产品储运标志应符合 GB 190、GB/T 191 的规定，包括 GB 190 中“易燃液体”和 GB/T 191 中“怕雨”标志等；
- c) 化学品安全技术说明书编写应符合 GB/T 17519 的规定。

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，每桶净含量为 25 L、50 L 或根据需方要求协商包装形式和净含量。产品包装应符合 GB 12463 的有关规定。

7.3 运输

应符合 JT/T 617 等危险货物运输要求，在运输过程中应防火、防高温、防静电并轻装轻放，避免撞击，以防包装破损和泄漏；避免正午运输，车辆需配备遮阳设施；禁止与强氧化剂、强酸混装运输；运输车辆宜配备泄漏应急处理工具包。

7.4 贮存

产品的贮存应符合 GB 15603 的要求。

7.5 保质期

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

参 考 文 献

- [1] YS/T 568.13—2023 氧化锆、氧化钪化学分析方法 第13部分：氧化钪中硼、钠、镁、铝、硅、钙、钛、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、锆、铌、钼、镉、锡、锑、钽、钨、铅、铋含量的测定 电感耦合等离子体质谱法
- [2] 中华人民共和国国务院令 第645号 危险化学品安全管理条例（2013修订）
- [3] 国家市场监督管理总局令 第70号 定量包装商品计量监督管理办法（2023）
-