|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 71.060.20 |
| CCS | G 13 |

|  |
| --- |
| HG |

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4836—XXXX

代替 HG/T 4836—2015

触媒用氧化锌

Zinc oxide for catalyst use

（征求意见讨论稿）

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

中华人民共和国工业和信息化部  发布

1. 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HG/T 4836—2015《触媒用氧化锌》，与HG/T 4836—2015相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

1. 更改了干燥减量、铅（Pb）、汞（Hg）、镉（Cd）及砷（As）指标（见6.2，2015年版的

5.2）；

b）增加了铝（Al）、铬（Cr）、硫酸盐（以SO4计）、氯化物（以Cl计）项目、指标及试验方法（见6.2、7.10、7.11、7.12）；

c）删除“表1”中“注解内容”（见6.2，2015年版的5.2）；

d）增加了电感耦合等离子体发射光谱法，用于测定铝、铬、镉、砷含量（见7.10）；

e）更改了“批量”（见8.2、2015年版的7.2）。

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。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC 63/SC 1）归口。

本文件起草单位：杭州广恒锌业有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、江西广恒胶化科技有限公司、山东汇苑锌品厂、江西宝华锌业有限公司、济源市鲁泰纳米材料有限公司、安徽正合雅聚材料科技有限公司等。

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2015年首次发布为HG/T 4836—2015；

——本次为第一次修订。

触媒用氧化锌

* 1. 范围

本文件规定了触媒用氧化锌的分类、要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件、包装、运输、贮存。

本文件适用于触媒用氧化锌。

注：该产品主要用于国防工业、化工工业、陶瓷工业、纺织工业、电子工业等，用作制造红外线检测器、红外线传

感器、吸波隐身材料、高效催化剂（合成甲醇的催化剂、合成氨的脱硫剂等）、硫化活性剂、净化功能涂料、精密陶瓷、抗菌防霉材料、远红外线反射纤维材料等的原料。

* 1. 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/T 191—2008 包装储运图示标志

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

GB/T 19077.1—2008 粒度分析 激光衍射法 第1部分：通则

GB/T 19587 气体吸附BET法测定固态物质比表面积

GB/T 21058—2007 **无机化工产品中汞含量测定的通用方法 无火焰原子吸收光谱法**

GB/T 23768—2009 **无机化工产品 火焰原子吸收光谱法通则**

GB/T 23947.2—2009 无机化工产品中砷含量测定的通用方法 砷斑法

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

* 1. 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

* 1. 分子式和相对分子质量

分子式：ZnO

相对分子质量：81.38（按2022年国际相对原子质量）

* 1. 分类

触媒用氧化锌分为两种型号：

——Ⅰ型（粉体）；  
——Ⅱ型（乳状液）。

* 1. 要求
     1. 外观：Ⅰ型为白色或微黄色微细粉末，Ⅱ型为乳状液。
     2. 触媒用氧化锌按本文件规定的试验方法检测应符合表1的规定。

1. 技术要求

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 项 目 | | 指标 | |
| Ⅰ型 | Ⅱ型 |
| 氧化锌（ZnO）,*w*/% | ≥ | 96.0 | 20.0 |
| 干燥减量 ,*w*/% | ≤ | 0.5 | — |
| 水溶物 ,*w*/% | ≤ | 0.4 | — |
| 铝（Al）,*w*/% | ≤ | 0.000 5 | 0.000 1 |
| 铬（Cr）,*w*/% | ≤ | 0.000 5 | 0.000 1 |
| 铅（Pb）,*w*/% | ≤ | 0.001 | 0.000 2 |
| 汞（Hg）,*w*/% | ≤ | 0.000 3 | 0.000 1 |
| 镉（Cd）,*w*/% | ≤ | 0.000 5 | 0.000 1 |
| 砷(As) *,w*/% | ≤ | 0.000 3 | 0.000 1 |
| 硫酸盐（以SO4计）,*w*/% | ≤ | 0.05 | 0.01 |
| 氯化物（以Cl计）,*w*/% | ≤ | 0.01 | 0.002 |
| 电镜平均粒径/nm | ≤ | 60 | — |
| 激光粒径(D99)/nm | ≤ | — | 350 |
| 比表面积 /(m2/g) | ≥ | 40 | — |

* 1. 试验方法

警示：本试验方法中使用的部分试剂具有危险性，操作时须小心谨慎！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

* + 1. 一般规定

本文件所用的试剂和水，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。

试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品，在没有注明其他规定时，均按HG/T 3696.1、HG/T 3696.2和HG/T 3696.3的规定制备。

* + 1. 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上或烧杯中用目视法判定外观。

* + 1. 氧化锌含量的测定
       1. 原理

试样用盐酸溶解后，在pH≈4.5条件下，用二甲酚橙作指示剂，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定锌离子，根据乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的消耗量，计算出氧化锌的含量。

* + - 1. 试剂或材料
         1. 碘化钾。
         2. 氨水溶液：1+1。
         3. 盐酸溶液：1+1。
         4. 氟化钾溶液：200 g/L。
         5. 硫脲饱和溶液。
         6. 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH≈4.5。
         7. 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液：c(EDTA)≈0.05 mol/L。
         8. 二甲酚橙指示液：2 g/L。
      2. 试验步骤

称取适量试样（Ⅰ型约0.13 g或Ⅱ型约0.50 g）（精确至0.000 2 g），置于250 mL锥形瓶中，Ⅰ型加少量水润湿，加入2 mL盐酸溶液，加热使试样全部溶解，冷却。加入50 mL水、5 mL氟化钾溶液、5滴二甲酚橙指示液，摇匀。用氨水调节至试验溶液恰成红色，加入10 mL硫脲饱和溶液、20 mL乙酸-乙酸钠缓冲溶液、4 g碘化钾，摇匀。用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液呈亮黄色即为终点。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与试验溶液相同。

* + - 1. 试验数据处理

氧化锌含量以氧化锌（ZnO）的质量分数*w*1计，按公式（1）计算：

 (1)

式中：

*V* ——滴定试验溶液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——滴定空白试验溶液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）；

*c* ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

*M*——氧化锌（ZnO）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol)（*M*=81.38）；

*m* ——试料的质量的数值，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为：Ⅰ型不大于0.3 %，Ⅱ型不大于0.1 %。

* + 1. 干燥减量测定
       1. 原理

试样在105 ℃±2 ℃的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定，根据试样干燥前后的质量减少量确定干燥减量。

* + - 1. 仪器设备
         1. 称量瓶：*Φ*50 mm×30 mm。
         2. 电热恒温干燥箱：温度能控制在105 ℃±2 ℃。
      2. 试验步骤

用已于105 ℃±2 ℃下干燥至质量恒定的称量瓶称取约5 g试样（精确至0.000 2 g），置于电热恒温干燥箱中，在105 ℃±2 ℃下干燥至质量恒定。

* + - 1. 试验数据处理

干燥减量以质量分数*w*2计，按公式（2）计算：

 (2)

式中：

*m*1——干燥前试料和称量瓶的质量的数值，单位为克（g）；

*m*2——干燥后试料和称量瓶的质量的数值，单位为克（g）；

*m*——试料的质量的数值，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0.03 %。

* + 1. 水溶物含量测定
       1. 原理

试样溶于无二氧化碳的水中，经加热、搅拌、过滤后，取一定量的滤液，经蒸发、烘干至质量恒定，根据烘干后残留物的量，确定水溶物的含量。

* + - 1. 试剂或材料

无二氧化碳的水。

* + - 1. 仪器设备
         1. 瓷蒸发皿：150 mL。
         2. 电热恒温干燥箱：温度能控制在105 ℃±2 ℃。
      2. 试验步骤

称取约10.0 g试样（精确至0.01 g），置于400 mL烧杯中，加入200 mL无二氧化碳的水，在不断搅拌下加热煮沸5 min。迅速冷却至室温后，全部移入250 mL容量瓶中，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。用中速定量滤纸干过滤，弃去最初的20 mL滤液。

移取100.00 mL滤液，置于已于105 ℃±2 ℃下干燥至质量恒定的瓷蒸发皿中，在沸水浴上蒸发至干。移入电热恒温干燥箱，在105 ℃±2 ℃条件下干燥至质量恒定。

* + - 1. 试验数据处理

水溶物含量以质量分数*w*3计，按公式（3）计算：

 (3)

式中：

*m*0——瓷蒸发皿的质量的数值，单位为克（g）；

*m*1——残留物和瓷蒸发皿的质量的数值，单位为克（g）；

*m*——试料的质量的数值，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0.03 %。

* + 1. 铅含量的测定
       1. 原理

同GB/T 23768—2009第4章。

* + - 1. 试剂或材料
         1. 盐酸溶液：1＋1。
         2. 铅标准溶液：1 mL溶液含铅0.05 mg。

移取5.00 mL按HG/T 3696.2要求配制的铅（Pb）标准贮备溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

* + - * 1. 水：符合GB/T 6682－2008二级水规格。
      1. 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有铅空心阴极灯。

* + - 1. 试验步骤
         1. 试验溶液A的制备

称取约50.0 g试样（精确至0.01 g），置于250 mL烧杯中。Ⅰ型加入少量水润湿，加入200 mL盐酸溶液，加热使其全部溶解。全部转移至500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液A，用于铅、镉含量的测定。

* + - * 1. 空白试验溶液的制备

在100 mL容量瓶中，加入10 mL的盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

* + - * 1. 试验

在6个100 mL容量瓶中用移液管分别加入25 mL试验溶液A，再分别加入0.00 mL、0.50 mL、l.00 mL、1.50 mL、2.00 m L、3.00 mL铅标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

将仪器调至最佳工作状态，用空白试验溶液调零，于283.3 nm波长处测量吸光度。

以铅的质量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，将工作曲线反向延长，与横坐标相交处，即为所测试验溶液中铅的质量。

* + - 1. 试验数据处理

铅含量以铅（Pb）质量分数*w*4计，按公式（4）计算：

 (4)

式中：

*m*1——从工作曲线上查出的试验溶液中铅的质量的数值，单位为毫克（mg）；

*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算术平均值的20 %。

* + 1. 汞含量的测定
       1. 原理

试样经硫酸溶解后，酸性溶液中的离子状态的汞，经还原剂还原成原子态的元素汞蒸气，通过气流带出汞，在波长253.7 nm处，用原子吸收分光光度计测定其吸光度。

* + - 1. 试剂或材料
         1. 硫酸：优级纯。
         2. 汞标准溶液：1 mL溶液含汞0.001 mg。

移取1.00 mL按HG/T 3696.2要求配制的汞（Hg）标准贮备溶液，置于1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

* + - * 1. 水：符合GB/T 6682－2008二级水规格。
        2. 其余同GB/T 21058—2007中3.4。
      1. 仪器设备

同GB/T 21058—2007中3.5的规定。

* + - 1. 试验步骤
         1. 试验溶液的制备

称取约10 g试样（精确至0.01 g），置于150 mL烧杯中。Ⅰ型加入少量水润湿，加入25 mL硫酸。搅拌使其全部溶解后，全部转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

* + - * 1. 空白试验溶液的制备

移取25 mL水，置于150 mL烧杯中，再慢慢加入25 mL硫酸，冷却后，全部转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

* + - * 1. 标准曲线的绘制

打开仪器，并将仪器性能调至最佳状态，然后分别移取0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL汞标准溶液，置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中，分别加入1 mL氯化亚锡溶液，并立即盖紧还原瓶，通入载气，在253.7 nm波长处测定吸光度。

从每个标准溶液的吸光度中减去标准空白溶液的吸光度，以汞的质量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

* + - * 1. 试验

用移液管移取10 mL试验溶液或空白试验溶液，置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中，分别加入1 mL氯化亚锡溶液，并立即盖紧还原瓶，通入载气，在253.7 nm波长处测得其吸光度。

从标准曲线上查出试验溶液和空白试验溶液的汞的质量。

* + - 1. 试验数据处理

汞含量以汞（Hg）质量分数*w*5计，按公式（5）计算：

 (5)

式中：

*m*1——从标准曲线上查出的试验溶液中汞的质量的数值，单位为毫克（mg）；

*m*0——从标准曲线上查出的空白试验溶液中汞的质量的数值，单位为毫克（mg）；

*m*——试料的质量的数值，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算术平均值的20 %。

* + 1. 镉含量的测定
       1. 原子吸收分光光度法（仲裁法）
          1. 原理

同GB/T 23768—2009第4章。

* + - * 1. 试剂或材料

镉标准溶液：1 mL溶液含镉0.01 mg。

移取1.00 mL按HG/T 3696.2要求配制的镉（Cd）标准贮备溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

该溶液现用现配。

二级水：符合GB/T 6682－2008的规定。

* + - * 1. 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有镉空心阴极灯。

* + - * 1. 试验步骤

在6个100 mL容量瓶中用移液管分别加入25 mL试验溶液A（见7.6.4.1），再分别加入0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL镉标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

将仪器调至最佳工作状态，用空白试验溶液(见7.6.4.2)调零，于228.8 nm波长处测定吸光度。

以镉质量（mg）为横坐标、对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，将曲线反向延长，与横坐标相交处，即为所测试验溶液中镉的质量。

* + - * 1. 试验数据处理

镉含量以镉（Cd）的质量分数*w*6计，按公式（6）计算：

 (6)

式中：

*m*1——从工作曲线上查出的试验溶液中镉的质量的数值，单位为毫克（mg）；

*m*——试料（见7.6.4.1）的质量的数值，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算术平均值的20 %。

* + - 1. 电感耦合等离子体发射光谱法

见7.10。

* + 1. 砷含量测定
       1. 电感耦合等离子体发射光谱法（仲裁法）

见7.10。

* + - 1. 砷斑法

称取1.00 g±0.01 g试样，置于锥形瓶或广口瓶中，用水稀释至约60 mL。以下按GB/T 23947.2－2009中8.2的规定步骤，从“加6 mL盐酸溶液……”开始进行操作。

标准是移取要求量砷标准溶液（Ⅰ型3 mL或Ⅱ型1 mL）[1 mL含砷（As）0.001 mg]，置于锥形瓶或广口瓶中，用水稀释至约60 mL。与试样同时同样处理。

在自然光下，对试验溶液和标准溶液形成的砷斑进行观察比对，试验溶液所形成的砷斑深于标准溶液形成的砷斑，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。

* + 1. 铝、铬、镉、砷含量的测定

在硝酸介质中，采用标准曲线法，用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素的含量。

* + - 1. 试剂或材料
         1. 硝酸溶液：1＋1。

用优级纯试剂配制。

* + - * 1. 混合标准溶液：1 mL溶液含铝、铬、镉、砷各0.001 mg。

分别移取1.00 mL按HG/T 3696.2配制的铝（Al）、铬（Cr）、镉（Cd）、砷（As）标准贮备溶液，置于同一个1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

该溶液现用现配。

* + - * 1. 水：符合GB/T 6682—2008表1中规定的二级水。
      1. 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

* + - 1. 试验步骤
         1. 标准曲线的绘制

移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、16.00 mL混合标准溶液，分别置于6个100 mL容量瓶中，加1 mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

将电感耦合等离子体发射光谱仪调至最佳工作条件，以标准空白溶液调零，于表2中给出的各待测元素推荐波长处测定其标准溶液的光谱强度。

以每个标准溶液中待测元素的质量（mg）为横坐标，对应的光谱强度为纵坐标，分别绘制各待测元素标准曲线。

1. 待测元素推荐波长

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 杂质元素 | 铝 | 铬 | 镉 | 砷 |
| 波长/nm | 396.153 | 267.716 | 214.438 | 193.696 |

* + - * 1. 试验

称取适量试样（Ⅰ型约1.0 g或Ⅱ型约5.0 g）（精确至0.000 2 g），置于100 mL烧杯中，Ⅰ型加入适量水润湿，加入4 mL硝酸溶液，加热使其溶解，冷却后，全部转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

在电感耦合等离子体发射光谱仪上，测定试验溶液中各待测元素的光谱强度，根据各待测元素的光谱强度，分别从标准曲线上查出相应的各待测元素的质量。

* + - 1. 试验数据处理

待测元素含量以待测元素的质量分数*w*i计，按公式（7）计算：

 (7)

式中：

*m*i——从标准曲线上查出试验溶液中待测元素的质量的数值，单位为毫克（mg）；

*m*——试料的质量的数值，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算术平均值的20 %。

* + 1. 硫酸盐含量的测定
       1. 电感耦合等离子体发射光谱仪法（仲裁法）
          1. 原理

试样经硝酸溶解后，在硝酸介质中，采用标准曲线法，用电感耦合等离子体发射光谱仪测定硫酸盐的含量。

* + - * 1. 试剂或材料

硝酸溶液：1＋1。

用优级纯试剂配制。

硫酸盐标准溶液：1 mL溶液含硫酸盐0.1 mg。

移取10.00 mL按HG/T 3696.2配制的硫酸盐（SO4）标准贮备溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

该溶液现用现配。

水：符合GB/T 6682—2008表1中规定的二级水。

* + - * 1. 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

* + - * 1. 试验步骤

标准曲线的绘制

移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL硫酸盐标准溶液，分别置于6个100 mL容量瓶中，加入1 mL硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

将电感耦合等离子体发射光谱仪调至最佳工作条件，以标准空白溶液调零，于推荐波长180.70 nm处，测定标准溶液的光谱强度。

以硫酸盐的质量（mg）为横坐标，对应的光谱强度为纵坐标，绘制标准曲线。

试验

称取适量试样（Ⅰ型约1 g或Ⅱ型约5 g）（精确至0.000 2 g），置于100 mL烧杯中，Ⅰ型加入适量水润湿，加入5 mL硝酸溶液，加热使其溶解，全部转移至100 mL容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

在电感耦合等离子体发射光谱仪上，测定试验溶液的光谱强度，根据测得的光谱强度，从标准曲线上查出相应的硫酸盐的质量。

* + - * 1. 试验数据处理

硫酸盐含量以硫酸盐的质量分数*w*7计，按公式（8）计算：

 (8）

式中：

*m*1——从标准曲线上查出试验溶液中硫酸盐的质量的数值，单位为毫克（mg）；

*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算术平均值的20 %。

* + - 1. 限量比浊法
         1. 原理

试样经盐酸溶解后，在盐酸介质中，加氯化钡与试验溶液中的硫酸根离子生成白色沉淀，与同方法处理的硫酸盐标准比浊溶液进行比较。

* + - * 1. 试剂或材料

95 %乙醇。

盐酸溶液：1＋1。

氯化钡溶液：250 g/L。

硫酸盐标准溶液：1 mL溶液含硫酸盐0.01 mg。

移取1.00 mL按HG/T 3696.2配制的硫酸盐（以SO4计）标准溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

该溶液现用现配。

* + - * 1. 试验步骤

称取5.00 g±0.01 g试样，置于50 mL烧杯中，Ⅰ型加入少量水润湿，加入25 mL盐酸溶液，加热使其溶解后，全部转移至100 mL容量瓶中，加水至刻度，摇匀。用移液管移取2 mL试验溶液，置于25 mL比色管中，加入5 mL乙醇，在不断振摇下，滴加3 mL氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀，于暗处放置10 min。

标准比浊溶液是移取要求量的硫酸盐标准溶液（Ⅰ型5.00 mL或Ⅱ型1.00 mL），置于25 mL比色管中，加5 mL乙醇，在不断振摇下，滴加3 mL氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀，于暗处放置10 min。

在自然光下，将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管置于同一黑色背景上，自上向下观察。

试验溶液所产生的浊度大于标准比浊溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。

* + 1. 氯化物含量的测定
       1. 分光光度计法（仲裁法）
          1. 原理

用硝酸溶解试样，在硝酸介质下，氯离子与硝酸银生成氯化银悬浊液，采用标准曲线法，用分光光度计于推荐波长380 nm处，测定氯化物含量。

* + - * 1. 试剂或材料

硝酸溶液：1＋1。

硝酸银溶液：17 g/L。

氯化物标准溶液：1 mL溶液含氯0.05 mg。

移取5.00 mL按HG/T 3696.2配制的氯化物（以Cl计）标准贮备溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

此溶液现用现配。

* + - * 1. 仪器设备

分光光度计：带有2 cm比色皿。

* + - * 1. 试验步骤

标准曲线的绘制

移取0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL氯化物标准溶液，分别置于6个50 mL容量瓶中，加1 mL硝酸溶液、2 mL硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀，于暗处放置10 min。

将分光光度计调至最佳工作条件，以水调零，于推荐波长380 nm处，用2 cm比色皿测定标准溶液的吸光度。

以氯质量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

试验

称取适量试样（Ⅰ型约1 g或Ⅱ型约5 g）（精确至0.000 2 g），置于50 mL烧杯中，加少量水润湿，加入5 mL硝酸溶液，加热使其溶解，冷却。全部转移至100 mL容量瓶中，加入2 mL硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀，于暗处放置10 min。

在分光光度计上，于波长380 nm处，用2 cm比色皿测定试验溶液根据测得的吸光度，从标准曲线上查出相应的氯的质量。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

* + - * 1. 试验数据处理

氯化物含量以氯（Cl）质量分数*w*8计，按公式（9）计算：

 (9)

式中：

*m*1——从标准曲线上查出试验溶液中氯的质量的数值，单位为毫克（mg）；

*m*0——从标准曲线上查出空白试验溶液中氯的质量的数值，单位为毫克（mg）；

*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算术平均值的10 %。

* + - 1. 限量比浊法
         1. 原理

在硝酸介质中，氯离子与银离子生成氯化银白色沉淀，与同方法处理的氯标准比浊溶液比较。

* + - * 1. 试剂或材料

硝酸溶液：1＋1。

硝酸银溶液：17 g/L。

氯化物标准溶液：1 mL溶液含氯0.01 mg。

移取1.00 mL按HG/T 3696.2配制的氯化物（以Cl计）标准贮备溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

此溶液现用现配。

* + - * 1. 试验步骤

试验

称取1.00 g±0.01 g试样，置于50 mL烧杯中，加少量水润湿，加入5 mL硝酸溶液，加热使其溶解，冷却。全部转移至25 mL比色管中，加入2 mL硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀，于暗处放置10 min。

标准比浊溶液是要求量的氯化物标准溶液（Ⅰ型10.00 mL或Ⅱ型2.00 mL），置于25 mL比色管中，加入1 mL硝酸溶液、3 mL硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀，于暗处放置10 min。

在自然光下，将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管置于同一黑色背景上，自上向下观察。

试验溶液所产生的浊度大于标准比浊溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。

* + 1. 电镜平均粒径测定
       1. 试剂或材料

乙醇溶液：1+1。

* + - 1. 仪器设备
         1. 扫描电子显微镜。
         2. 超声波分散仪。
      2. 试验步骤

取适量试样，以乙醇溶液作溶剂，经超声波分散仪分散后，取1滴～2滴于制样薄膜上，烘干后，置于扫描电子显微镜的样品台上，在约10万放大倍数下，选择颗粒明显、均匀和集中的区域，拍摄电子显微镜照片。

在照片上用纳米标尺测量不少于100个颗粒中每个颗粒的长径和短径(可用计算机软件进行统计处理)，取算术平均值。

* + - 1. 试验数据处理

电镜平均粒径以**计，数值以纳米（nm）表示，按公式（9）计算：

 (9)

式中：

*d*1i——被测颗粒的长径的数值，单位为纳米（nm）；

*d*2i——被测颗粒的短径的数值，单位为纳米（nm）；

n——被测颗粒的个数。

* + 1. 激光粒径(D99)测定
       1. 原理

同GB/T 19077.1—2008第4章。

* + - 1. 仪器设备
         1. 激光粒度测定仪：量程 0.02 μm～2000 μm；精度 ±1 %；检测角度 0 °～135 °。
         2. 超声波分散仪。
      2. 试验步骤

取适量Ⅱ型试样，按照仪器的测定程序进行测定，读出激光粒径（D99）。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次测定结果均应符合仪器精度要求。

* + 1. 比表面积测定

称取适量试样（精确至0.000 2 g），置于样品管中，在70 ℃下脱气4 h，置于比表面积测定仪上，按GB/T 19587的规定进行测定，结果按BET方程计算。

* 1. 检验规则
     1. 本文件采用型式检验和出厂检验。

型式检验和出厂检验应符合下列要求：

a)本文件要求中规定的所有指标项目为型式检验项目。在正常生产情况下，每6个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时，应进行型式检验：

——更新关键生产工艺；

——主要原料有变化；

——停产又恢复生产；

——与上次型式检验有较大差异；

——合同规定。

b)本文件要求中规定的氧化锌含量、干燥减量、水溶物含量、铅含量、汞含量、镉含量、砷含量及比表面积共8项指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

* + 1. 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一型号的触媒用氧化锌为一批。每批产品不超过100 t。
    2. 按GB/T 6678的规定确定采样单元数。Ⅰ型样品采样时，将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的3/4处采样，将采出的样品混匀，用四分法缩分至不少于500 g，将样品分装于两个清洁、干燥的容器中，密封；Ⅱ型样品采样时，将采样玻璃管插入至容器深度的2/3处采样，将采得的样品混匀，总量不少于500 mL，分装于两个清洁干燥的棕色瓶中，密封。并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、型号、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间根据生产企业需求确定。
    3. 采用GB/T 8170规定修约值比较法判断检验结果是否符合本文件。
    4. 检验结果如有指标不符合本文件要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件的要求时，则整批产品为不合格。
  1. 标志和随行文件
     1. 触媒用氧化锌包装袋上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、净含量、批号或生产日期、本标准编号及GB/T 191—2008中规定的“怕雨”标志。
     2. 每批出厂的触媒用氧化锌产品都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、型号、净含量、批号或生产日期及本标准编号。
  2. 包装、运输、贮存
     1. 触媒用氧化锌Ⅰ型产品内包装采用聚乙烯薄膜袋或铝塑复合薄膜袋，外包装采用纸箱、纸桶或塑料桶包装，每件净含量5 kg、10 kg；Ⅱ型产品采用塑料桶包装，每桶净含量25 kg。也可根据用户要求的规格进行包装。
     2. 触媒用氧化锌运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮。严禁与碱类、酸类、有毒有害物品及其他污染物品混运。
     3. 触媒用氧化锌应贮存于通风、阴凉、干燥的仓库内。严禁与碱类、酸类、有毒有害物品及其他污染物品混贮。

