



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXX—XXXX

高纯磷酸锆

High purity zirconium phosphate

(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

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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（SAC/TC63）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

高纯磷酸锆

1 范围

本文件规定了高纯磷酸锆的要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件、包装、运输、贮存。

本文件适用于高纯磷酸锆（又称高纯磷酸氢锆）。

注：该产品主要用作离子交换材料、阻燃剂、耐磨材料、催化剂和催化剂载体、抗菌剂载体、吸附剂等。

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/T 5211.2 颜料水溶物测定 热萃取法

GB/T 5211.6 颜料和体质颜料通用试验方法 第6部分：水悬浮液 pH 值的测定

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 粒度分析 激光衍射法

GB/T 19587 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

GB/T 23774 无机化工产品白度测定的通用方法

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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式： $\text{Zr}(\text{HPO}_4)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：319.22（按2022年国际相对原子质量）

5 分类

产品按中位粒径分为 2 类：

- a) HP-I类为中位粒径（D₅₀）不大于 10 μm 的产品；
- b) HP-II类为中位粒径（D₅₀）在 11 μm ~70 μm 的产品。

6 要求

- 6.1 外观：白色粉末。
- 6.2 高纯磷酸锆按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的要求。

表 1

项 目	指 标			
	HP-I		HP-II	
	一等品	合格品	一等品	合格品
磷酸锆[Zr(HPO ₄) ₂ , 以灼烧干基计]w /%	≥ 99.5	99.0	99.5	99.0
水溶物 w /%	≤ 0.2	0.3	0.2	0.3
灼烧减量 w /%	≤ 12.0	12.0	12.0	12.0
中位粒径（D ₅₀ ）/μm	≤10	≤10	11~70	11~70
比表面积/（m ² /g）	≥ 2	2	1	1
pH（10 g/L 溶液）	4.0~4.5		4.0~4.5	
硫酸盐（以 SO ₄ 计）w /%	≤ 0.005	0.005	0.005	0.005
氯化物（以 Cl 计）w /%	≤ 0.003	0.005	0.003	0.005
氟（F）w /%	≤ —	—	0.01	0.02
铝（Al）w /%	≤ 0.4	0.5	0.4	0.5
砷（As）w /%	≤ —	—	0.002	0.004
钙（Ca）w /%	≤ 0.015	0.020	0.015	0.020
镉（Cd）w /%	≤ 0.0005	0.001	0.0005	0.001
铬（Cr）w /%	≤ 0.003	0.005	0.003	0.005
铜（Cu）w /%	≤ 0.001	0.003	0.001	0.003
铁（Fe）w /%	≤ 0.01	0.02	0.01	0.02
镁（Mg）w /%	≤ 0.005	0.01	0.005	0.01
铅（Pb）w /%	≤ 0.0005	0.001	0.0005	0.001
硅（Si）w /%	≤ 0.001	0.003	0.001	0.003
钛（Ti）w /%	≤ 0.005	0.01	0.005	0.01
白度	≥ 93.0	93.0	93.0	93.0

7 试验方法

警告：本试验方法中的部分试剂具有毒性、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。使用易燃品时，严禁明火加热。

7.1 一般规定

本文件所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指优级纯试剂和 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水。

试验中所用标准滴定溶液、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 的规定制备。

7.2 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。

7.3 磷酸锆含量的测定

7.3.1 原理

用适量氢氟酸溶解试样，加入氢氧化钠溶液后析出氢氧化锆沉淀，过滤洗涤沉淀，与氟离子分离。用盐酸溶液溶解沉淀，生成锆氧离子（ ZrO^{2+} ）。在酸性介质中，锆氧离子能与指示剂二甲酚橙生成红色络合物。用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定，锆与二甲酚橙的络合物被破坏，溶液呈黄色指示终点。

7.3.2 试剂和材料

7.3.2.1 氢氟酸。

7.3.2.2 氢氧化钠：200 g/L。

7.3.2.3 盐酸溶液：1+1。

7.3.2.4 盐酸羟胺溶液：100 g/L。

7.3.2.5 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

7.3.2.6 二甲酚橙指示液：2 g/L。

7.3.2.7 酚酞指示液：10 g/L。

7.3.3 试验步骤

称取约0.3 g试样（精确至0.0002 g），置于100 mL聚四氟乙烯烧杯中，用少量水润湿试样，加入1.0 mL氢氟酸，放置0.5 h。试样溶解后加水至约20 mL，在搅拌下滴加10 mL氢氧化钠溶液，形成胶状沉淀，放置24 h。用中速定性滤纸过滤，用热水洗至滤液加入酚酞指示液呈无色。

将沉淀物连同滤纸移入250 mL烧杯中，加100 mL水、25 mL盐酸溶液，加热煮沸至沉淀溶解。加入1滴~2滴二甲酚橙指示液和5滴盐酸羟胺溶液，用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至煮沸后溶液不再变红为终点。

同时同样进行空白试验，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）与试验溶液相同。

7.3.4 试验数据处理

磷酸锆含量以磷酸锆 $[\text{Zr}(\text{HPO}_4)_2]$ 的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM}{m \times (1 - w_2) \times 1000} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

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）；

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

M ——磷酸锆 $[\text{Zr}(\text{HPO}_4)_2]$ 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=283.18$ ）；

w_2 ——灼烧减量的质量分数；

m ——试样的质量的数值，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0.3%。

7.4 水溶物含量的测定

按GB/T 5211.2规定的方法进行测定。

称取约5 g试样（精确至0.01 g）。使用孔径为0.22 μm的醋酸纤维素微孔滤膜过滤。

7.5 灼烧减量的测定

7.5.1 原理

试样在500℃时灼烧至质量恒定，完全失去结晶水。经冷却、称量，计算灼烧减量。

7.5.2 仪器设备

7.5.2.1 高温炉：温度能控制在500℃±10℃。

7.5.2.2 瓷坩埚。

7.5.3 试验步骤

称取约2.0 g试样（精确至0.0002g），将试料平铺于经500℃±10℃灼烧至质量恒定的瓷坩埚内，移入高温炉中，逐渐升温，于500℃±10℃下灼烧2 h。取出瓷坩埚稍冷后置于干燥器中，冷却至室温后称量。将瓷坩埚再次置于高温炉中，于500℃±10℃下灼烧30 min，直至前后两次称量差不超过0.0002 g。

7.5.4 试验数据处理

灼烧减量以质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——灼烧前坩埚和试料质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——灼烧后坩埚和试料质量的数值，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 0.3 %。

7.6 中位粒径 D_{50} 的测定

按照 GB/T 19077 的规定进行测定。

注：粉末状试样可能不易分散，可在进样前超声 2 min~4 min。建议折射率范围为 1.90~2.10。

7.7 比表面积的测定

按 GB/T 19587 的规定进行测定。

7.8 pH 的测定

称取 1.00 g±0.01g 试样，用无二氧化碳的水配制成 10 g/L 悬浮液，按 GB/T 5211.6 规定的方法进行测定。

7.9 硫酸盐含量的测定

7.9.1 原理

在盐酸介质中，钡离子与硫酸根离子生成难溶的硫酸钡，当硫酸根离子含量较低时，在一定时间内硫酸钡呈悬浮体使溶液混浊，利用硫酸盐形成的混浊度与标准比对溶液以目视比浊法测定。

7.9.2 试剂和材料

7.9.2.1 95%乙醇。

7.9.2.2 盐酸溶液：1+1。

7.9.2.3 氯化钡溶液：250 g/L。

7.9.2.4 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（ SO_4 ）0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.9.3 仪器设备

7.9.3.1 比色管：50 mL。

7.9.3.2 微孔滤膜：0.22 μm 。

7.9.4 试验步骤

7.9.4.1 试验溶液 A 的制备

称取5.0 g试样（精确至0.01g），置于400 mL烧杯中，加入250 mL水，在不断搅拌下加热煮沸5 min，冷却至室温后将试液与沉淀全部转移至250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，静置2 h。用倾泻法将上层溶液通过微孔滤膜减压过滤，弃去前20 mL滤液。收集滤液于洁净干燥的吸滤瓶（若滤液仍然浑浊，通过离心操作后小心移取上层清液再做后续试验）。

该溶液为试验溶液A，用于硫酸盐含量、氯化物含量和氟化物含量的测定。

7.9.4.2 试验

移取40.00 mL试验溶液A，置于比色管中，加入5 mL 95%乙醇、1 mL盐酸溶液，在不断摇动下加入3 mL氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置10 min。溶液所呈浊度与标准比浊溶液比较。

标准比浊溶液的制备：移取4.00 mL硫酸盐标准溶液与试验溶液同时同样处理。

将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管同时置于黑色背景上，打开比色管塞，在自然光下，自上向下观察浊度。如果试验溶液所产生的浊度深于标准比浊溶液，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。

7.10 氯化物含量的测定

7.10.1 原理

在硝酸介质中，氯离子与银离子生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时，在一定时间内氯化银呈悬浮体，使溶液混浊，可用于氯化物的目视比浊法测定。

7.10.2 试剂和材料

7.10.2.1 硝酸溶液：1+4。

7.10.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

7.10.2.3 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯化物（以 Cl 计）0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.3 试验步骤

移取 25.00 mL 试验溶液 A（7.9.4.1），置于 50 mL 比色管中，加入 1 mL 硝酸溶液酸化，再加 1 mL 硝酸银溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min，溶液所呈浊度与标准比浊溶液比较。

标准比浊溶液的制备：移取适量氯化物标准溶液（一等品取 1.50 mL，合格品取 2.5 mL）与试验溶液同时同样处理。

将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管同时置于黑色背景上，打开比色管塞，在自然光下，自上向下观察浊度。如果试验溶液所产生的浊度深于标准比浊溶液，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。

7.11 氟含量的测定

7.11.1 原理

以氟离子选择电极作指示电极，饱和甘汞电极为参比电极组成化学电池，用离子计测量电位，工作曲线法定量。

7.11.2 试剂和材料

7.11.2.1 硝酸溶液：1+5。

7.11.2.2 盐酸溶液：1+4。

7.11.2.3 氢氧化钠溶液：40 g/L。

7.11.2.4 缓冲溶液。

称取 294 g 柠檬酸三钠和 20 g 硝酸钾，溶解于 800 mL 水中，用硝酸溶液（1+5）调节 pH 为 6，用水稀释至 1000 mL，摇匀。

7.11.2.5 氟化物标准溶液：1 mL 溶液含氟（F）0.010 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氟标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.11.2.6 溴甲酚绿指示液：1 g/L。

7.11.3 仪器设备

7.11.3.1 氟离子选择电极。

7.11.3.2 饱和甘汞电极。

7.11.3.3 电位计或离子计：精度 0.01 mV。

7.11.3.4 电磁搅拌器：配有聚四氟乙烯转子。

7.11.4 试验步骤

7.11.4.1 工作曲线的绘制

用移液管分别移取 2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 氟标准溶液，置于 5 个 50 mL 容量瓶中，各加入 1 mL 盐酸溶液、5 滴缓冲溶液和 2 滴溴甲酚绿指示液，用氢氧化钠溶液调至溶液呈蓝色，再用硝酸溶液调至溶液恰呈黄色。加入 20 mL 缓冲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

将溶液转移至干燥的 50 mL 塑料烧杯中，置于电磁搅拌器上，放入聚四氟乙烯转子，插入氟离子选择性电极和饱和甘汞电极，连接电位计。开启电磁搅拌器，搅拌片刻，记录平衡时的电位值。以氟的质量（mg）的对数值为横坐标、对应的电位值为纵坐标，绘制工作曲线。

7.11.4.2 试验

移取 10 mL 试验溶液 A (7.9.4.1)，置于 50 mL 容量瓶中。以下操作按 7.11.4.1 中自“加入 1 mL 盐酸溶液……”开始，至“……记录平衡时的电位值”为止。从工作曲线上查出氟的质量的对数，查反对数得到的氟的质量 (mg)。

7.11.5 试验数据处理

氟含量以氟 (F) 的质量分数 w_3 计，按公式 (3) 计算：

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times (10/250)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——试验溶液中氟的质量的数值，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 0.001 %。

7.12 铝、砷、钙、镉、铬、铜、铁、镁、铅、硅、钛含量的测定

7.12.1 原理

试样经氢氟酸溶解，使用电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (ICP-OES) 进行测定，于各元素选定的波长处测量其发射强度。采用工作曲线法计算各元素的质量浓度，以质量分数表示测定结果。

7.12.2 试剂和材料

7.12.2.1 氢氟酸：优级纯。

7.12.2.2 硝酸溶液：1+34。

7.12.2.3 铝、砷、钙、镉、铬、铜、铁、镁、铅、硅、钛混合标准溶液：1 mL 含铝 (Al)、砷 (As)、钙 (Ca)、镉 (Cd)、铬 (Cr)、铜 (Cu)、铁 (Fe)、镁 (Mg)、铅 (Pb)、硅 (Si)、钛 (Ti) 各 50 μg 。

分别移取 5.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铝、砷、钙、镉、铬、铜、铁、镁、铅、硅、钛标准储备液，置于 100 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

7.12.2.4 水：符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

7.12.3 仪器设备

7.12.3.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪 (ICP-OES)，配有耐氢氟酸的进样系统。

7.12.3.2 聚四氟乙烯坩埚：容量不少于 30 mL。

7.12.3.3 电热板：温度可控制在 100 $^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

7.12.4 试验步骤

7.12.4.1 工作曲线的绘制

取 5 支 50 mL 容量瓶，按表 2 规定的质量浓度配制混合元素标准溶液，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

表 2

杂质元素	标准溶液1 (mg/L)	标准溶液 (mg/L)	标准溶液3 (mg/L)	标准溶液4 (mg/L)	标准溶液5 (mg/L)
铝	0.0	0.5	1.0	2.0	4.0
砷	0.0	0.5	1.0	2.0	4.0
钙	0.0	0.5	1.0	2.0	4.0
镉	0.0	0.5	1.0	2.0	4.0
铬	0.0	0.5	1.0	2.0	4.0
铜	0.0	0.5	1.0	2.0	4.0
铁	0.0	0.5	1.0	2.0	4.0
镁	0.0	0.5	1.0	2.0	4.0
铅	0.0	0.5	1.0	2.0	4.0
硅	0.0	0.5	1.0	2.0	4.0
钛	0.0	0.5	1.0	2.0	4.0

调电感耦合等离子体发射光谱仪，按表 3 给出的杂质元素测定波长，测量标准溶液中各杂质元素的发射光谱强度，以杂质元素标准溶液的质量浓度 (mg/L) 为横坐标，对应的发射光谱强度为纵坐标绘制标准曲线。

注：可根据不同仪器灵敏度、待测元素含量调整标准曲线的质量浓度。

表 3

杂质元素	铝	砷	钙	镉	铬	铜
测定波长/nm	396.152	188.980	396.847	214.439	267.716	327.395
杂质元素	铁	镁	铅	硅	钛	—
测定波长/nm	238.204	279.553	220.353	251.611	336.122	—

7.12.4.2 试验

称取 0.5 g 试样（精确至 0.01g），置于聚四氟乙烯坩埚中，用少量水润湿试样，加入 1 mL 氢氟酸，在 100 °C ± 5 °C 电热板上加热，摇动坩埚直至试样溶解。取下冷却至室温，将试样转移至 50 mL 塑料容量瓶中，以硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。同时同样制备空白试验溶液。

测量试验溶液和空白试验溶液中杂质元素的发射光谱强度，从工作曲线上查出（或用线性回归方程计算出）试验溶液和空白试验溶液中杂质元素的质量浓度 (mg/L)。

注：如试样中待测元素含量较高，可对试样溶液进行适当稀释后重新测量该元素。

7.12.5 试验数据处理

杂质元素含量以质量分数 w_i 计，按公式（4）计算：

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V \times n \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

ρ_i ——从工作曲线上查得试验溶液中杂质元素质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ——从工作曲线上查得空白试验溶液中杂质元素质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——试验溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

n ——试验溶液稀释倍数；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的相对偏差应不大于 25 %。

7.13 白度

按 GB/T 23774 规定的方法进行测定。

8 检验规则

8.1 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规定。

a) 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 3 个月至少进行一次型式检验。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) 要求中规定的磷酸锆含量、水溶物含量、中位粒径、硫酸盐、氯化物、灼烧减量、氟含量、砷含量、镉含量、铬含量和铅含量为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 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相同等级的高纯磷酸锆为一批。每批产品不超过 2 t。

8.3 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入至料层深度的 3/4 处采样。将采得的试样快速混匀并缩分至不少于 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、等级、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。

8.4 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本文件。

8.5 检验结果如有指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使只有一项指标不符合本文件要求时，则整批产品为不合格。

9 标志和随行文件

9.1 高纯磷酸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、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号。

9.2 每批出厂的高纯磷酸锆都应附有质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 高纯磷酸锆内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用塑料编织袋、纸板桶或牛皮纸袋。包装内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口，或用与其相当的其他方式封口；外包装应牢固封口。每件净含量为 1 kg、2 kg、5 kg，也可根据用户要求的规格进行包装。

10.2 高纯磷酸锆在运输过程中应有遮盖物，保持包装的密封性，防止暴晒、雨淋、受潮、重压。

10.3 高纯磷酸锆应贮存在阴凉、通风、干燥的库房。防止暴晒、雨淋、受潮、重压。
