

ICS 71.060.20  
G 13  
备案号:37830—2013

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2773—2012

代替 HG/T 2773—2004

---

### 二氧化锆

Zirconium dioxide

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 2773—2004《二氧化锆》，与 HG/T 2773—2004 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 删除了不生产的Ⅰ类颗粒产品的指标要求(见 2004 年版的 4.2)；
- 删除了用户不要求的五氧化二磷含量指标(见 2004 年版的 4.2)；
- Ⅲ类Ⅱ型一等品锆铪含量由 98.0 % 调整为 98.5 %，合格品锆铪含量由 97.0 % 调整为 98.0 %；Ⅲ类Ⅱ型一等品二氧化硅含量由 1.0 % 调整为 0.8 %，合格品二氧化硅含量由 2.0 % 调整为 1.2 % (见 5.2, 2004 年版的 4.2)。
- 修改了锆铪含量的测定方法，采用苦杏仁重量法与配合滴定法并列，以前者作为仲裁法(见 6.4, 2004 年版 5.3)。

本标准使用重新起草法参考俄罗斯标准 ГОСТ 21907—1976《二氧化锆》(俄文版)。本标准与 ГОСТ 21907—1976 的一致性程度为非等效。

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：广东东方锆业科技股份有限公司、浙江锆谷科技有限公司、营口英格瓷阿斯创化工有限公司、河南佰利联化学股份有限公司、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：许小军、沈建章、韩文学、陈建立、郭凤鑫、杨新民、陈潮钿、潘焕来、廉晓燕。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG/T 2773—1996、HG/T 2773—2004。

# 二氧化锆

## 1 范围

本标准规定了二氧化锆的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于主要用作电子工业、陶瓷、耐火材料、光学玻璃、陶瓷色料等行业的二氧化锆。

## 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 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 19587 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备

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

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

YS/T 568.4—2008 氧化锆、氧化钪化学分析方法 铝含量的测定 铬天青 S-氯化十四烷基吡啶光度法

YS/T 568.6—2008 氧化锆、氧化钪化学分析方法 钛量的测定 二安替吡啶甲烷分光光度法

## 3 分子式和相对分子质量

分子式:  $\text{ZrO}_2$

相对分子质量: 123.22(按 2010 年国际相对原子质量)。

## 4 分类

二氧化锆分为三类:

I 类: 电子工业用;

II 类: 光学玻璃用;

III 类: I 型为一般工业用, II 型为电熔法二氧化锆, 用于耐火材料和陶瓷色料。

## 5 要求

5.1 外观: III 类 II 型为淡黄色颗粒或粉末, 其他类型为白色粉末。



5.2 二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					
	I 类	II 类	III 类			
			I 型		II 型	
			优等品	一等品	一等品	合格品
锆铪含量(以 $ZrO_2$ 计,以干基计) $w/\%$ $\geq$	99.5	99.5	99.5	99.0	98.5	98.0
氧化铁( $Fe_2O_3$ ) $w/\%$ $\leq$	0.01	0.005	0.02	0.05	0.10	0.10
二氧化硅( $SiO_2$ ) $w/\%$ $\leq$	0.02	—	0.05	0.10	0.8	1.2
氧化铝( $Al_2O_3$ ) $w/\%$ $\leq$	0.01	—	0.001	—	0.8	0.8
二氧化钛( $TiO_2$ ) $w/\%$ $\leq$	0.01	0.005	0.10	—	0.22	0.25
氧化钙( $CaO$ ) $w/\%$ $\leq$	—	—	0.03	0.05	—	—
氧化镁( $MgO$ ) $w/\%$ $\leq$	—	—	0.02	—	—	—
氧化钠( $Na_2O$ ) $w/\%$ $\leq$	0.01	—	0.02	0.05	—	—
灼烧减量 $w/\%$ $\leq$	0.40	0.30	0.50	0.50	—	—
氯化物(以 Cl 计) $w/\%$ $\leq$	0.10	—	—	—	—	—
水分 $w/\%$ $\leq$	0.10	0.30	—	—	—	—
注:中值粒径( $D_{50}$ )、堆积密度、比表面积在用户有要求时按本标准方法测定,其指标应符合用户要求。						

6 试验方法

6.1 警告

本试验方法中所使用的部分试剂具有腐蚀性,操作者应小心谨慎,避免与皮肤接触,如接触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。

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 苦杏仁酸重量法(仲裁法)

6.4.1.1 方法提要

同 YS/T 568.1—2008 第 2 章。

6.4.1.2 试剂

同 YS/T 568.1—2008 第 3 章。

6.4.1.3 仪器、设备

6.4.1.3.1 电热恒温干燥箱:能控制温度为  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.4.1.3.2 铂坩埚:30 mL。

6.4.1.3.3 瓷坩埚:30 mL。

6.4.1.3.4 高温炉:能控制温度为  $900\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.4.1.4 分析步骤

称取约 0.2 g 已于  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的试样,精确至 0.000 2 g,置于



铂坩埚中,加入 3 mL 氢氟酸,在电炉上加热,至试样完全溶解。冷却后,加入 2 mL 硫酸,在电炉上加热,蒸发至冒浓厚白烟,取下冷却。以下操作按 YS/T 568.1—2008 第 5.3.2 条“加入 10 mL 盐酸(3.3)于铂皿中,……在 900 °C 高温炉中灼烧至质量恒定。”进行。

#### 6.4.1.5 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(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_2$ ——瓷坩埚连同沉淀的质量的数值,单位为克(g);

$m_1$ ——空瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——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 0.5 %。

#### 6.4.2 络合滴定法

##### 6.4.2.1 方法提要

在盐酸介质中,锆氧离子( $\text{ZrO}^{2+}$ )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。

##### 6.4.2.2 试剂

6.4.2.2.1 焦硫酸钾。

6.4.2.2.2 盐酸羟胺。

6.4.2.2.3 氨水。

6.4.2.2.4 盐酸。

6.4.2.2.5 盐酸溶液:1+1。

6.4.2.2.6 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $\rho(\text{ZrO}_2) \approx 3 \text{ g/L}$ ;

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,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

标定:称取约 0.25 g 已于 105 °C ± 2 °C 电热恒温干燥箱中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 °C ± 25 °C 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(6.4.2.2.5)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,放在调温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。

乙二胺四乙酸二钠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(2)计算:

$$\rho = \frac{m \times w \times 50 / 250}{(V - V_0) \times 10^{-3}} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m$ ——光谱纯二氧化锆的质量的数值,单位为克(g);



$w$ ——二氧化锆的质量分数；

$V$ ——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)。

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

#### 6.4.2.2.7 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，保存在具塞的广口瓶中。

#### 6.4.2.2.8 酚酞指示液：10 g/L。

#### 6.4.2.3 仪器、设备

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

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

#### 6.4.2.4 分析步骤

##### 6.4.2.4.1 试验溶液的制备

称取约 0.25 g 已于  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的试样，精确至 0.000 2 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  $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  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(6.4.2.2.5)浸出熔块，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。

##### 6.4.2.4.2 测定

移取 50.00 mL 试验溶液于 250 mL 锥形瓶中，以下操作按 6.4.2.2.6“加入 4 滴酚酞指示液……直至煮沸后溶液不再变为红色即为滴定终点”进行。

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。

#### 6.4.2.5 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(3)计算：

$$w_1 = \frac{\rho(V - V_0) \times 10^{-3}}{m \times 50/250} \times 100 \quad \text{..... (3)}$$

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)；

$m$ ——试样质量的数值，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%。

#### 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

试样用硫酸-硫酸铵溶解，用抗坏血酸将试液中的三价铁还原成二价铁，在 pH2~9 时，二价铁离子与邻菲罗啉生成橙红色配合物，使用分光光度计，于最大吸收波长 510 nm 处测量其吸光度。

###### 6.5.1.2 试剂

###### 6.5.1.2.1 硫酸铵。

###### 6.5.1.2.2 硫酸。

###### 6.5.1.2.3 氨水溶液：1+1。

###### 6.5.1.2.4 硫酸溶液：1+1。

###### 6.5.1.2.5 抗坏血酸溶液：20 g/L，贮存于棕色瓶中，保存期为 14 d。



**6.5.1.2.6 双掩蔽剂(0.25 mol/L 乙二胺四乙酸二钠-0.5 mol/L 柠檬酸三铵溶液);**

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

**6.5.1.2.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈4.5)。****6.5.1.2.8 邻菲罗啉溶液:2 g/L。****6.5.1.2.9 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.01 mg;**

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 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。

**6.5.1.3 仪器、设备**

分光光度计:配有 3 cm 比色皿。

**6.5.1.4 分析步骤****6.5.1.4.1 工作曲线的绘制**

在 6 个 100 mL 容量瓶中分别移入 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL、9.00 mL 的铁标准溶液,加水至约 40 mL,加 10 mL 双掩蔽剂,用氨水溶液或硫酸溶液调整 pH 约为 2(用精密 pH 试纸检验)。加 2.5 mL 抗坏血酸溶液,加 20 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液。加入 5 mL 邻菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 30 min。

选用 3 cm 比色皿,在分光光度计上,于 510 nm 处,以水调零测量溶液的吸光度。从每个标准比色液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以铁的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

**6.5.1.4.2 测定**

称取 0.06 g~0.8 g 试样(根据铁含量选择适宜的称样量),精确至 0.001 g,置于 100 mL 烧杯中。加 2 g~3 g 硫酸铵和 3 mL~5 mL 硫酸,置于电炉上加热至样品完全溶解,加水至约 40 mL。以下操作按 6.5.1.4.1 条“加 10 mL 双掩蔽剂,……以水调零测量溶液的吸光度。”进行。同时作空白试验。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

**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(4)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3} \times 1.430}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

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

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

$m$ ——试样质量的数值,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 I 类、II 类不大于 0.001%;III 类不大于 0.005%。

**6.5.2 原子吸收分光光度法****6.5.2.1 方法提要**

试样用硫酸-硫酸铵溶解,在酸性介质中用原子吸收光谱仪测量其吸光度。从加锆基体溶液的工作曲线上查出铁的含量,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 硫酸铵。****6.5.2.2.2 硫酸。****6.5.2.2.3 硫酸溶液:1+5。****6.5.2.2.4 氯化锆基体溶液:1 mL 溶液含二氧化锆( $\text{ZrO}_2$ )0.04 g;**

将氯化锆重结晶两次,称取 11.00 g 重结晶的氯化锆(用水将氯化锆重结晶两次),加入



20 mL 水, 10 mL 盐酸, 加热溶解, 冷却后移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

#### 6.5.2.2.5 铁标准溶液: 1 mL 溶液含铁(Fe) 0.1 mg;

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 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。

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

#### 6.5.2.3 仪器、设备

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

在 4 个 100 mL 容量瓶中, 用移液管移入 5 mL~20 mL 氯化锆基体溶液(根据称样量选择合适的加入体积), 加入 15 mL 硫酸溶液, 再用移液管分别移入 0 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。

选用空气-乙炔火焰, 于 248.3 nm 波长处, 用二级水调零, 使用原子吸收光谱仪测量上述溶液的吸光度。从每个标准溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度, 以铁的浓度(mg/L)为横坐标, 对应吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

##### 6.5.2.4.2 测定

称取 0.2 g~0.8 g 试样(根据铁含量选择适宜的称样量), 精确至 0.001 g, 置于 100 mL 烧杯中, 加 2 g~3 g 硫酸铵和 3 mL~5 mL 硫酸, 置于电炉上加热至样品完全溶解, 冷却后全部转移至 100 mL 容量瓶中, 用二级水稀释至刻度, 摇匀。同时同样制备空白试验溶液。

选用空气-乙炔火焰, 于 248.3 nm 波长处, 用二级水调零, 使用原子吸收光谱仪测量上述溶液的吸光度。从工作曲线上查出试验溶液和空白溶液中铁的浓度。

#### 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(5)计算:

$$w_2 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-3} \times 1.430}{m} \times 100 \quad (5)$$

式中:

$\rho_1$ ——从工作曲线上查得的试样溶液中铁的浓度的数值, 单位为毫克每升(mg/L);

$\rho_0$ ——从工作曲线上查得的空白溶液中铁的浓度的数值, 单位为毫克每升(mg/L);

$m$ ——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 I 类、II 类不大于 0.001 %; III 类不大于 0.005 %。

#### 6.6 二氧化硅含量的测定

按 YS/T 568.3—2008 规定的方法进行测定。

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(6)计算:

$$w_3 = w_{\text{Si}} \times 2.139 \quad (6)$$

式中:

$w_{\text{Si}}$ ——测定的硅的质量分数, 以 % 表示;

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 I 类不大于 0.004 %, III 类 I 型不大于 0.01 %; III 类 II 型不大于 0.1 %。

#### 6.7 氧化铝含量的测定

按 YS/T 568.4—2008 规定的方法进行测定。

氧化铝含量以三氧化二铝( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )的质量分数  $w_4$  计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_4 = w_{\text{Al}} \times 1.890 \quad (7)$$

式中:

$w_{\text{Al}}$ ——测定的铝的质量分数,以%表示;

1.890——铝换算为氧化铝的系数。

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Ⅰ类不大于0.003%,Ⅲ类Ⅰ型不大于0.0005%;Ⅲ类Ⅱ型不大于0.1%。

## 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

同YS/T 568.6—2008第3章。

### 6.8.3 仪器、设备

分光光度计:配有3 cm比色皿。

### 6.8.4 分析步骤

#### 6.8.4.1 工作曲线的绘制

在6个50 mL容量瓶中分别移入0 mL、0.10 mL、0.30 mL、0.50 mL、0.70 mL、0.90 mL的钛标准溶液,加入4 mL硫酸溶液(1+1),7 mL草酸溶液,1 mL抗坏血酸溶液,摇匀,放置5 min。加入4 mL盐酸,加入20 mL二安替吡啉甲烷溶液,摇匀。于沸水中放置30 min,冷却,用水稀释至刻度,摇匀。

在分光光度计上,于波长390 nm处,使用3 cm比色皿,以水调零,测量吸光度。从每个标准比色溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以钛的质量为横坐标,对应吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

#### 6.8.4.2 测定

称取0.03 g~0.50 g试样(根据钛含量选择适宜的称样量),精确至0.001 g,置于50 mL烧杯中。加2 g~3 g硫酸铵和3 mL硫酸,盖上表面皿,于电炉上加热至样品完全溶解。冷却至温热,加入7 mL草酸溶液,冷却。移入50 mL容量瓶中,以下按6.8.4.1条“1 mL抗坏血酸溶液……测量吸光度。”操作。同时同样制备空白试验溶液。

在分光光度计上,于波长390 nm处,使用3 cm比色皿,以水调零,测量上述溶液吸光度。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中钛的质量。

### 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(8)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6} \times 1.668}{m} \times 100 \quad (8)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查出试验溶液中钛的质量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_0$ ——从工作曲线上查出空白试验溶液中钛的质量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——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Ⅰ类不大于0.002%;Ⅱ类不大于0.001%;Ⅲ类不大于0.01%。

## 6.9 氧化钙含量的测定

### 6.9.1 方法提要

以硫酸和硫酸铵溶解试料。在原子吸收光谱仪上,在波长422.7 nm处,使用空气-乙炔火焰,采用工作曲线法测定。



## 6.9.2 试剂

6.9.2.1 硫酸铵。

6.9.2.2 硫酸。

6.9.2.3 盐酸溶液:1+1。

6.9.2.4 氯化锶溶液:15 g/L。

6.9.2.5 钙标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)0.1 mg;

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 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。

6.9.2.6 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

## 6.9.3 仪器、设备

原子吸收光谱仪;配有钙空心阴极灯。

## 6.9.4 分析步骤

## 6.9.4.1 工作曲线的绘制

在 4 个 100 mL 容量瓶中分别移取 0 mL、0.30 mL、0.60 mL、0.90 mL 钙标准溶液,加入 5 mL 氢氧化锆基体溶液(6.5.2.2.4)和 10 mL 氯化锶溶液,用二级水稀释至刻度,摇匀。

选用空气-乙炔火焰,于 422.7 nm 波长处,用二级水调零,使用原子吸收光谱仪测量上述溶液的吸光度。从每个标准溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以钙的浓度(mg/L)为横坐标,对应吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

## 6.9.4.2 测定

称取约 0.2 g 试样,精确至 0.001 g,置于 100 mL 烧杯中。加 2 g~3 g 硫酸铵和 3 mL 硫酸,盖上表面皿,加热至试料完全溶解,冷却。用二级水吹洗表面皿及杯壁并稀释至约 40 mL,加 3 mL 盐酸溶液,加热至沸。保持微沸 1 min~2 min,冷却后转移至 100 mL 容量瓶中,加 10 mL 氯化锶溶液,用二级水稀释至刻度,摇匀。同时同样制备空白试验溶液。

选用空气-乙炔火焰,于 422.7 nm 波长处,用二级水调零,使用原子吸收光谱仪测量上述溶液的吸光度。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中钙的浓度。

## 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(9)计算:

$$w_6 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-3} \times 1.399}{m} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

$\rho_1$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中钙的浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

$\rho_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中钙的浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

$m$ ——试料质量的数值,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 0.005 %。

## 6.10 氧化镁含量的测定

## 6.10.1 方法提要

以硫酸和硫酸铵溶解试料,在原子吸收光谱仪上,在波长 285.2 nm 处,使用空气-乙炔火焰,采用工作曲线法测定。

## 6.10.2 试剂

6.10.2.1 硫酸铵。

6.10.2.2 硫酸。

6.10.2.3 镁标准溶液:1 mL 溶液含镁(Mg)0.01 mg。



用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.10.2.4 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

#### 6.10.3 仪器、设备

原子吸收光谱仪:配有镁空心阴极灯。

#### 6.10.4 分析步骤

##### 6.10.4.1 工作曲线的绘制

在 4 个 100 mL 容量瓶中分别移入 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 的镁标准溶液,用二级水稀释至刻度,摇匀。

选用空气-乙炔火焰,于 285.2 nm 波长处,用二级水调零,使用原子吸收光谱仪测量上述溶液的吸光度。从每个标准溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以镁的浓度(mg/L)为横坐标,对应吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

##### 6.10.4.2 试验溶液 A 的制备

称取 0.10 g~0.20 g 试样,精确至 0.001 g,置于 100 mL 烧杯中。加 2 g~3 g 硫酸铵和 3 mL 硫酸,盖上表面皿,加热至试料完全溶解,冷却。用二级水吹洗表面皿及杯壁并稀释至约 50 mL,转移至 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于氧化镁、氧化钠含量的测定。同时同样制备空白试验溶液。

##### 6.10.4.3 测定

选用空气-乙炔火焰,于 285.2 nm 波长处,用二级水调零,使用原子吸收光谱仪测量上述溶液的吸光度。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中镁的浓度。

#### 6.10.5 结果计算

氧化镁含量以氧化镁(MgO)的质量分数  $w_7$  计,数值以%表示,按式(10)计算:

$$w_7 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-3} \times 1.658}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

$\rho_1$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中镁的浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

$\rho_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中镁的浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

1.658——镁换算为氧化镁的系数。

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 0.003 %。

#### 6.11 氧化钠含量的测定

##### 6.11.1 方法提要

以硫酸和硫酸铵溶解试料,在火焰光度计或带火焰发射的原子吸收光谱仪上,采用工作曲线法,根据钠经火焰燃烧所激发的光谱强度,测定氧化钠含量。

##### 6.11.2 试剂

6.11.2.1 硫酸铵。

6.11.2.2 硫酸。

6.11.2.3 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)0.01 mg;

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 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。该溶液临用前制备,溶液应贮存在聚乙烯塑料瓶中。

6.11.2.4 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

##### 6.11.3 仪器、设备

火焰光度计或带火焰发射的原子吸收光谱仪。

## 6.11.4 分析步骤

## 6.11.4.1 工作曲线的绘制

在4个100 mL容量瓶中分别移入0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL的钠标准溶液,用二级水稀释至刻度,摇匀。

在火焰光度计或带火焰发射的原子吸收光谱仪上,于波长589.0 nm处,以二级水调零,测其辐射强度。从每个标准溶液的辐射强度中减去空白溶液的辐射强度,以钠的浓度(mg/L)为横坐标,对应辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 6.11.4.2 测定

在火焰光度计或带火焰发射的原子吸收光谱仪上,于波长589.0 nm处,用二级水调零,测试验溶液A(6.10.4.2)和空白试验溶液的辐射强度。从工作曲线上查出试验溶液A和空白试验溶液中钠的浓度。

## 6.11.5 结果计算

氧化钠含量以氧化钠( $\text{Na}_2\text{O}$ )质量分数 $w_8$ 计,数值以%表示,按式(11)计算:

$$w_8 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-3} \times 1.348}{m} \times 100 \quad \text{..... (11)}$$

式中:

$\rho_1$ ——从工作曲线上查出的试验溶液中的钠的浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

$\rho_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中的钠的浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

$m$ ——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0.002%。

## 6.12 灼烧减量的测定

## 6.12.1 仪器、设备

高温炉:能控制温度为 $900\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 。

## 6.12.2 分析步骤

称取约5 g试样,精确至0.000 2 g,置于预先于 $900\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 的高温炉中灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,于 $900\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 下灼烧至质量恒定。

## 6.12.3 结果计算

灼烧减量的质量分数 $w_9$ ,数值以%表示,按式(12)计算:

$$w_9 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \text{..... (12)}$$

式中:

$m_1$ ——瓷坩埚和试料灼烧前的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——瓷坩埚和试料灼烧后的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——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0.1%。

## 6.13 氯化物含量的测定

## 6.13.1 方法提要

试样溶解后,加硼酸与氟离子反应生成 $\text{BF}_4^-$ ,在硝酸介质中加硝酸银与氯离子生成氯化银白色的悬浊液,与标准进行比浊。

## 6.13.2 试剂

## 6.13.2.1 氢氟酸。

## 6.13.2.2 硼酸溶液:200 g/L。



6.13.2.3 硝酸溶液:1+1。

6.13.2.4 硝酸银溶液:17 g/L。

6.13.2.5 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.1 mg;

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

### 6.13.3 分析步骤

#### 6.13.3.1 标准比浊溶液的制备

用移液管移取 1 mL 氯化物标准溶液,置于 50 mL 比色管中,加 2 mL 硝酸溶液,加水到约 40 mL,加 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀。于暗处放置 15 min。

#### 6.13.3.2 测定

称取  $0.100\text{ g} \pm 0.001\text{ g}$  试样,置于带有聚四氟乙烯杯的压力溶弹中,加入 3 mL 氢氟酸,盖上杯盖,旋紧高压套,在  $140\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$  保温 50 min,至试样完全溶解。待压力溶弹完全冷却后,将杯中的试样溶液用水转移至塑料烧杯中,加 5 mL 热硼酸溶液,静置 15 min,移入 50 mL 比色管中,加 2 mL 硝酸溶液,加水至约 40 mL,加 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,轻轻摇匀,于暗处静置 15 min。其所呈浊度不得大于标准比浊溶液所呈浊度。

### 6.14 中值粒径的测定

用激光粒度测定仪进行测定。

### 6.15 堆积密度的测定

#### 6.15.1 方法提要

一定量的试料通过圆锥形漏斗,进入一已知容积的圆柱形料罐中,测定装满料罐所需试料的质量。

#### 6.15.2 仪器、设备

堆积密度的测定装置如图 1 所示。

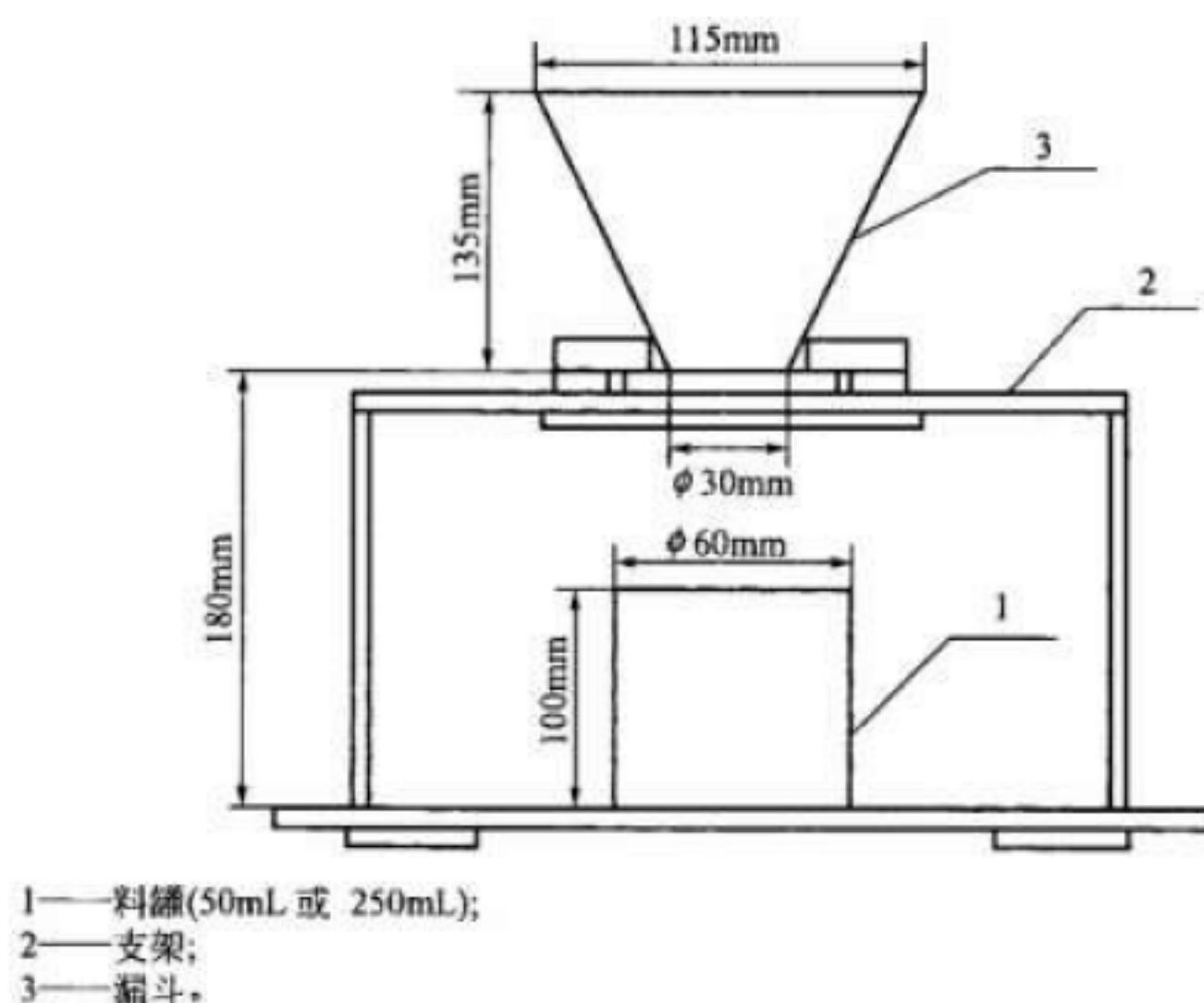


图 1 堆积密度测定装置图

### 6.15.3 分析步骤

#### 6.15.3.1 料罐容积的测定

将料罐洗净、晾干,盖上玻璃片,称得料罐和玻璃片的质量,精确至 0.1 g。小心将水倒入料罐中,近满时用滴管加水至全满,盖上玻璃片,用滤纸吸干料罐及玻璃片外部的水,玻璃片与料罐中水之间应无气泡。再称量灌满水的料罐和玻璃片的质量。

料罐容积  $V$ ,数值以毫升(mL)表示,按式(13)计算:



$$V = \frac{m_1 - m_2}{\rho_{\text{水}}} \dots\dots\dots (13)$$

式中:

$m_1$ ——灌满水的料罐及玻璃片的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——空料罐及玻璃片的质量的数值,单位为克(g);

$\rho_{\text{水}}$ ——测定温度下纯水密度的数值,单位为克每毫升(g/mL),近似为1 g/mL。

料罐体积每年至少校准一次。

### 6.15.3.2 测定

按图1安装好堆积密度测定装置。

称取料罐质量,精确至0.1 g。

关好漏斗下底,将试样自然倒满,用直尺刮去高出部分,放好已知质量的料罐,打开漏斗下底,使试样全部自动流入料罐中,用直尺刮去高出部分(刮平前勿移动料罐),称量试样和料罐的质量,精确至0.1 g。

### 6.15.4 结果计算

堆积密度以单位体积的质量 $\rho$ 计,数值以克每毫升(g/mL)表示,按式(14)计算:

$$\rho = \frac{m_1 - m_2}{V} \dots\dots\dots (14)$$

式中:

$m_1$ ——料罐和试料的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——空料罐的质量的数值,单位为克(g);

$V$ ——料罐容积的数值,单位为毫升(mL)。

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0.02 g/mL。

## 6.16 比表面积的测定

称取适量试样,精确至0.001 g,按GB/T 19587规定的方法测定。

## 6.17 水分的测定

### 6.17.1 仪器、设备

6.17.1.1 称量瓶:  $\phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

6.17.1.2 电热恒温干燥箱:能控制温度为 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

### 6.17.2 分析步骤

称取约10 g试样,精确至0.000 2 g,置于预先于 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的称量瓶中。于 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

### 6.17.3 结果计算

水分的质量分数 $w_{10}$ ,数值以%表示,按式(15)计算:

$$w_{10} = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (15)$$

式中:

$m_1$ ——干燥后试料的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——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0.02 %。

## 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

要求中规定的所有指标项目为型式检验项目,在正常情况下每三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:

- 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

要求中规定的锆钪含量、氧化铁含量、二氧化硅含量、氧化钠含量、灼烧减量、水分六项指标为出厂检验项目,应逐批检验。对于石灰法生产的二氧化锆,出厂检验项目中增加氧化钙含量。

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二氧化锆为一批。Ⅲ类Ⅱ型每批产品不超过 15 t,其他类型每批产品不超过 5 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插入至料层深度的四分之三处采样。将所采的样品混匀,用四分法缩分至约 500 g,分装入两个干燥、清洁的广口瓶(或塑料袋)中,密封,瓶(袋)上粘贴标签,注明:生产厂名称、产品名称、类别、型号、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶(袋)用于检验,另一瓶(袋)保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

7.4 检验结果中如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,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 二氧化锆包装袋上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、型号、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号以及 GB/T 191—2008 所规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的二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、类别、型号、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

## 9 包装、运输和贮存

9.1 二氧化锆采用两种包装。

9.1.1 牛皮纸桶包装:内包装采用单层或两层聚乙烯塑料薄膜袋和复合塑料编织袋,聚乙烯塑料薄膜袋热合封口或扎口,塑料编织袋应牢固缝合;外包装采用牛皮纸桶,牛皮纸桶加盖并箍牢。每桶净含量 25 kg 或 50 kg。

9.1.2 塑料编织袋包装:内包装为单层或两层聚乙烯塑料薄膜袋,内袋热合或扎口;外包装为复合塑料编织袋,塑料编织袋应牢固缝合。每袋净含量 25 kg。

9.1.3 如需其他特殊包装,可由供需双方协商确定。

9.2 二氧化锆在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。

9.3 二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

二氧化锆

HG/T 2773—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1 字数30千字

2013年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1338

---

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:14.00元

版权所有 违者必