

ICS 71.060.20
G 12
备案号:34587—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4201.1—2011

稳定二氧化锆 第 1 部分:钇稳定二氧化锆

Stabilized zirconia
Part 1: Yttria-stabilized zirconia

2011-12-20 发布

2012-07-01 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。

本标准主要起草单位：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、深圳市格林美高新技术股份有限公司等。

本标准主要起草人：杨民乐、陈建立、夏俊玲、张翔。

稳定氧化锆

第1部分:钇稳定氧化锆

1 范围

本标准规定了钇稳定氧化锆的要求、检验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于主要作为结构陶瓷和功能陶瓷原料的钇稳定氧化锆。

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 5314 粉末冶金用粉末的取样方法

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方法和判定

GB/T 19077.1—2008 粒度分析 激光衍射法 第1部分:通则

GB/T 19587—2004 气体吸附 BET 法测定固态物质比表面积

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

3 分子式和相对分子质量

分子式: ZrO_2

相对分子质量:123.22(按2007年国际相对原子质量)

4 产品分类

本产品分为四个型号:

I型产品适用于结构陶瓷,含有约3mol的氧化钇;

II型产品适用于功能陶瓷,含有约5mol的氧化钇;

III型产品适用于功能陶瓷,含有约8mol的氧化钇;

IV型产品适用于结构陶瓷中的增韧陶瓷,含有约3mol的氧化钇,并加入了一定量的铝。

5 要求

5.1 外观:白色粉末或球形。

5.2 稳定二氧化锆按本标准的试验方法检测应符合表 1 的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标			
	I 型	II 型	III 型	IV 型
锆铪含量(以 ZrO_2 计) $w/\%$ \geq	94.6	91.0	85.5	94.2
氧化钇(Y_2O_3) $w/\%$ \geq	5.15	8.8	14.2	5.15
氧化铁(Fe_2O_3) $w/\%$ \leq	0.01	0.01	0.003	0.01
二氧化硅(SiO_2) $w/\%$ \leq	0.02	0.02	0.02	0.02
氧化钠(Na_2O) $w/\%$ \leq	0.01	0.01	0.005	0.005
二氧化钛(TiO_2) $w/\%$ \leq	0.01	0.01	0.005	0.01
氧化铝(Al_2O_3) $w/\%$ \leq	—	—		0.15~0.35
比表面积/(m^2/g)	根据用户要求进行协商			
粒径(D_{50}) μm				

6 试验方法

6.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时应小心谨慎!必要时,应在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

6.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,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 3696.2 和 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 568.1—2008 第 2 章。

6.4.1.2 试剂

同 YS 568.1—2008 第 3 章。

6.4.1.3 仪器、设备

6.4.1.3.1 铂坩埚。

6.4.1.3.2 瓷坩埚。

6.4.1.3.3 调温电炉。

6.4.1.3.4 高温炉:温度能控制在 $900\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.4.1.4 分析步骤

称取约 0.2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于铂坩埚中,加入 3 mL 氢氟酸,在调温电炉上加热,至试样完全溶解。冷却后,加入 2 mL 硫酸,在电炉上加热,蒸发至白烟冒尽,取下冷却。以下操作按 YS 568.1—2008 第 5 章 5.3.2 和 5.3.3 的规定进行操作。

6.4.1.5 结果计算

锆铅含量以氧化锆(ZrO_2)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2)}{m_0} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

m_1 ——沉淀与瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——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 %。

6.4.2 容量法

6.4.2.1 方法提要

在 1 mol/L~1.2 mol/L 的盐酸介质中,锆离子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溶液滴定,锆与二甲酚橙的络合物被破坏,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: $\rho(\text{EDTA}) \approx 3.08 \text{ g/L}$ 。

配制:称取 9.5 g 乙二胺四乙酸二钠,精确至 0.000 2 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,移入 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 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定的光谱纯二氧化锆标样,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 $800^\circ\text{C} \pm 25^\circ\text{C}$ 的高温炉中熔融 15 min~20 min,取出,用盐酸溶液浸出熔块,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。

移取上述溶液 50.00 mL 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。加入约 0.1 g 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。

同时作空白试验。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。

EDTA 标准滴定溶液的浓度以每升相当于二氧化锆的质量 ρ 计,数值以克每升(g/L)表示,按公式(2)计算:

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

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所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);

w ——标准参比物质中二氧化锆的质量分数,数值以%表示;

m ——所用标准参比物质二氧化锆的质量的数值,单位为克(g)。

每人三平行测定结果相对极差与平均值之比不得大于 0.2 %,两人标定结果平均值之差不得大于 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 硝酸钾在研钵中研细,保存在具塞的广口瓶中,此指示剂常温下有效期为两个月。

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 瓷坩埚。

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

6.4.2.3.3 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 试样的预处理

将试样放入高温炉中,升温至 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 进行灼烧,保温 30 min,冷却至室温,保存于干燥器中。此试样还将用于氧化铁、二氧化硅、氧化钠、二氧化钛及氧化铝的测定。

6.4.2.4.2 试验溶液的制备

称取约 0.25 g 灼烧后的试样,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,用盐酸溶液溶解试样,溶解后全部转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.4.2.4.3 测定

移取 50.00 mL 试验溶液于 250 mL 锥形瓶中,以下同 6.4.2.2.6 标定中“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”。

同时作空白试验。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。

6.4.2.5 结果计算

锆铅含量以二氧化锆(ZrO_2)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

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

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液相当于二氧化锆的质量浓度的准确数值,单位为克每升(g/L);

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 0.3 %。

6.5 氧化钇含量的测定

6.5.1 方法提要

试样以硼酸与无水碳酸钠混合熔剂熔融,在盐酸介质中,用乙二胺四乙酸二钠掩蔽锆铅,加六亚甲基四胺调 pH 至 4~5 时,以二甲酚橙为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠为标准溶液来滴定氧化钇的含量。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 六亚甲基四胺。

6.5.2.2 氨水。

6.5.2.3 盐酸。

6.5.2.4 盐酸溶液:1+1。

6.5.2.5 六亚甲基四胺缓冲溶液:pH≈5.4。

称取 40 g 六亚甲基四胺加 100 mL 水和 10 mL 盐酸使之溶解并混合均匀,用 pH 计测定该溶液的 pH,将其 pH 调为 5.4(pH 低于 5.4 时补加六亚甲基四胺,pH 高于 5.4 时则补加盐酸)。

6.5.2.6 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $\rho(\text{EDTA})\approx 1.13\text{ g/L}$ 。

配制:称取 4.0 g 乙二胺四乙酸二钠,精确至 0.000 2 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,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

标定:称取约 0.20 g 已于 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的光谱纯氧化钇标样,精确至 0.000 2 g,于 50 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸溶液,盖上表面皿,放在电炉上加热至溶液澄清,冷却至室温,转移到 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

移取上述制备好的溶液 20.00 mL 于 300 mL 烧杯中,加入 60 mL~70 mL 水,用氨水(约 3 滴~4 滴)调 pH 至 2~3,加 10 mL 六亚甲基四胺缓冲溶液(pH 为 5.4),加入约 0.1 g 二甲酚橙指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,溶液由红色变为亮黄色为终点。

同时作空白试验。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。

EDTA 标准滴定溶液的浓度以每升相当于氧化钇的质量 ρ 计,数值以克每升(g/L)表示,按公式(4)计算:

$$\rho = \frac{m \times w \times 20 / 250}{(V - V_0) \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所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);

w ——标准参比物质氧化钇的质量分数,数值以%表示;

m ——所用标准参比物质中氧化钇的质量的数值,单位为克(g)。

每人三平行测定结果相对极差与平均值之比不得大于 0.1%,两人标定结果平均值之差不得大于 0.1%。

6.5.2.7 二甲酚橙指示剂。

称取 1 g 二甲酚橙与 99 g 硝酸钾在研钵中研细,保存在具塞的广口瓶中,此指示剂常温下有效期为两个月。

6.5.2.8 硼酸与无水碳酸钠混合熔剂:1+2。

6.5.3 仪器、设备

6.5.3.1 滴定管:5 mL、10 mL。

6.5.3.2 铂坩埚。

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

6.5.3.4 高温炉:温度能控制在 $800^{\circ}\text{C}\pm 25^{\circ}\text{C}$ 、 $1\,100^{\circ}\text{C}\pm 25^{\circ}\text{C}$ 。

6.5.4 测定

称取约 0.07 g 已于 $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定的试样,精确至 0.000 2 g,置于盛有 2 g 硼酸与无水碳酸钠混合熔剂的铂坩埚中,再称取 2 g 硼酸与无水碳酸钠混合熔剂覆盖在试样上,置于 $800^{\circ}\text{C}\pm 25^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中保温 10 min,再将温度升至 $1100^{\circ}\text{C}\pm 25^{\circ}\text{C}$,保温 10 min,取出,冷却至室温,移入 300 mL 烧杯中,加 100 mL 水、10 mL 盐酸浸出试样,加水调整溶液体积约为 150 mL,加入 0.1 g 二甲酚橙指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定至溶液呈淡黄色后(此消耗数不计),加氨水调试样溶液 pH 为 2.0~2.5,加 1 g 六亚甲基四胺,此时溶液的 pH 为 4.0~5.0,加入 0.1 g 二甲酚橙指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴至淡黄色,即为终点。

同时作空白试验。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。

6.5.5 结果计算

氧化钇含量以氧化钇(Y_2O_3)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(5)计算:

$$w_2 = \frac{\rho(V - V_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液相当于氧化钇的质量浓度的准确数值,单位为克每升(g/L);

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%。

6.6 氧化铁含量的测定

6.6.1 方法提要

试样以硫酸、硫酸铵分解。在硝酸介质中,过硫酸铵将 Fe^{2+} 氧化为 Fe^{3+} , Fe^{3+} 与硫氰酸铵生成红色络合物,在分光光度计最大吸收波长(480 nm)处测其吸光度。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 硫酸铵。

6.6.2.2 硫酸。

6.6.2.3 硝酸溶液:1+1。

6.6.2.4 过硫酸铵溶液:100 g/L。

6.6.2.5 硫氰酸铵溶液:200 g/L。

6.6.2.6 铁标准溶液:1 mL 溶液中含铁(Fe)0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.6.3 仪器、设备

6.6.3.1 分光光度计:带有光程为 3 cm 的比色皿。

6.6.3.2 调温电炉。

6.6.4 分析步骤

6.6.4.1 工作曲线的绘制

移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 铁标准溶液分别置于 7 个 50 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸溶液、2 mL 过硫酸铵溶液、10 mL 硫氰酸铵溶液,用水稀释至刻度摇匀,在分光光度计 480 nm 处用 3 cm 的比色皿,以水为参比分别测其吸光度,以铁含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.6.4.2 测定

称取约 0.5 g(I 型、II 型或 IV 型产品)或 1.0 g(III 型产品)按 6.4.2.4.1 处理后的试样,精确至 0.000 2 g,置于已加入 2 g~4 g 硫酸铵、3 mL~5 mL 硫酸的 100 mL 烧杯中,在调温电炉上低温加热,加热时要不停地晃动,加热至溶液透明,冷却,移入 50 mL 容量瓶中,加 2 mL 硝酸溶液、2 mL 过硫酸铵溶液、10 mL 硫氰酸铵溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在波长 480 nm 处,用 3 cm 的比色皿,以水为参比,分别测定空白溶液和试验溶液的吸光度。

同时作空白试验。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。

6.6.5 结果计算

氧化铁含量以氧化铁(Fe_2O_3)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按公式(6)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_2)M_1/2M_2 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

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

m_2 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M_1 ——氧化铁(Fe_2O_3)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=159.69$);

M_2 ——铁(Fe)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=55.85$)。

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型、Ⅱ型或Ⅳ型为不大于0.001%,Ⅲ型为不大于0.0003%。

6.7 二氧化硅含量的测定

6.7.1 方法提要

同SY/T 568.3—2008第2章。

6.7.2 试剂

6.7.2.1 光谱纯二氧化锆。

6.7.2.2 其余同SY/T 568.3—2008第3章。

6.7.3 仪器、设备

6.7.3.1 分光光度计:带有光程为1 cm的比色皿。

6.7.3.2 调温电炉。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 工作曲线的绘制

称取约1 g光谱纯二氧化锆7份,精确至0.0002 g,置于30 mL铂坩埚中,加入8 mL氢氟酸和2 mL硫酸,于通风橱中,在调温电炉上加热至完全溶解,并蒸发至冒白烟。冷却,用水吹洗坩埚壁,再蒸发至冒尽白烟。冷却,加入2 mL氢氟酸,微热溶解盐类,用水移入一组聚乙烯杯中,并稀释至60 mL。以下按SY/T 568.3—2008第5章中5.5的规定,从“加入0 mL、0.10 mL、0.30 mL、0.50 mL、0.70 mL、1.00 mL硅标准溶液(3.9)……”开始进行操作。以硅含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.7.4.2 测定

称取约0.5 g按6.4.2.4.1处理后的试样,准确至0.0002 g,置于已加过2 g硫酸铵、3 mL硫酸的50 mL烧杯中,低温加热溶解至溶液透明,用水移入200 mL的聚乙烯杯中,移取时用水量控制在20 mL左右,加氨水调pH为1~1.5,加2 mL氢氟酸,在沸水浴中加热30 min,加2.5 g硼酸,置于沸水浴中,加热30 min。加水至60 mL,以下按SY/T 568.3—2008第5章中5.4.2的规定,从“冷却,加入4 mL钼酸铵溶液……”开始进行操作。

20 min后,将部分溶液移入1 cm比色皿中,以水为参比,于分光光度计波长700 nm处,测其吸光度。

同时作空白试验。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。将所测得的吸光度减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的硅量。

6.7.5 结果计算

二氧化硅含量以二氧化硅(SiO_2)质量分数 w_4 计,数值以%表示,按公式(7)计算:

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times M_1 / M_2 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \text{..... (7)}$$

式中:

m_1 ——试验溶液中二氧化硅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——空白试验溶液中二氧化硅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M_1 ——二氧化硅(SiO_2)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=60.08$);

M_2 ——硅(Si)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=28.08$)。

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%。

6.8 氧化钠含量的测定

6.8.1 方法提要

试样以硫酸、硫酸铵溶解,在火焰光度计或带火焰发射的原子吸收分光光度计上,在最大吸收波长(589.0 nm)处,采用标准加入法。根据钠经火焰燃烧所激发的光谱强度,测定氧化钠含量。

6.8.2 试剂

6.8.2.1 硫酸铵。

6.8.2.2 硫酸。

6.8.2.3 钠标准溶液:1 mL溶液中含钠(Na)0.010 mg。

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

6.8.3 仪器、设备

6.8.3.1 火焰分光光度计或带火焰发射的原子吸收分光光度计。

6.8.3.2 调温电炉。

6.8.4 分析步骤

6.8.4.1 试验溶液的制备

称取约1.25 g按6.4.2.4.1处理后的试样,精确至0.000 2 g,置于100 mL烧杯中,加8 mL硫酸、5 g硫酸铵,盖上表面皿,在调温电炉上加热至试料完全溶解,冷却,用水冲洗表面皿及杯壁,移入250 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.8.4.2 测定

移取20.00 mL试验溶液,分别置于4个100 mL的容量瓶中,向每个容量瓶中分别加入0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL钠标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在火焰光度计或带火焰发射的原子吸收分光光度计上,于波长589.0 nm处,用水调零,测量上述溶液的吸光度。以钠含量为横坐标,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试验溶液中钠的质量。

6.8.5 结果计算

氧化钠含量以氧化钠(Na_2O)质量分数 w_5 计,数值以%表示,按公式(8)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 \times M_1 / 2M_2 \times 10^{-3}}{m \times 20/250} \times 100 \cdots \cdots (8)$$

式中:

m_1 ——用作图外延法求出的试验溶液中钠的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M_1 ——氧化钠(Na_2O)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=61.98$);

M_2 ——钠(Na)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=22.99$)。

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型或Ⅱ型为不大于0.001%,Ⅲ型或Ⅳ型为不大于0.000 5%。

6.9 二氧化钛含量的测定

6.9.1 方法提要

试样以硫酸、硫酸铵溶解,用草酸掩蔽主体锆铅,以抗坏血酸消除铁的干扰,在酸性介质中,钛与二安替吡啉甲烷形成黄色络合物,在分光光度计最大吸收波长(390 nm)处测其吸光度。

6.9.2 试剂

6.9.2.1 硫酸铵。

6.9.2.2 硫酸。

6.9.2.3 盐酸。

6.9.2.4 抗坏血酸溶液:10 g/L。

6.9.2.5 草酸溶液:100 g/L。

6.9.2.6 二安替吡啶甲烷溶液:称取 20 g 二安替吡啶甲烷,精确至 0.000 2 g,置于 500 mL 烧杯中,加入 400 mL 盐酸溶液(1+24),加热搅拌至完全溶解,冷却,过滤至棕色瓶中。

6.9.2.7 钛标准溶液:1 mL 溶液中含钛(Ti)0.010 mg。

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

6.9.3 仪器、设备

6.9.3.1 分光光度计:带有光程为 3 cm 的比色皿。

6.9.3.2 调温电炉。

6.9.4 分析步骤

6.9.4.1 工作曲线的测定

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 钛标准溶液置于 7 个 100 mL 容量瓶中,向每个容量瓶中加入 2 mL 硫酸、7 mL 草酸溶液、1 mL 抗坏血酸溶液、20 mL 二安替吡啶甲烷溶液,用水稀释至刻度,摇匀。分别转移到 7 个干燥的锥形瓶中,将锥形瓶置于沸水浴中加热 5 min,冷却。在分光光度计波长 390 nm 处,以水为参比,用 3 cm 的比色皿分别测其吸光度,以钛含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.9.4.2 试验溶液的制备

称取约 0.5 g(I 型、II 型或 IV 型产品)、1.0 g(III 型产品)按 6.4.2.4.1 处理后的试样,精确至 0.000 2 g,置于已加入 2 g~4 g 硫酸铵和 3 mL~5 mL 硫酸的 50 mL 烧杯中,在调温电炉上低温加热使试样完全溶解至透明,冷却后加入 7 mL 草酸溶液,再稍加热,冷却后用水移入 100 mL 的容量瓶中,加 1 mL 抗坏血酸溶液、5 mL 盐酸、20 mL 二安替吡啶甲烷溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

同时作空白试验。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。

6.9.4.3 测定

分别将试验溶液和空白溶液转移至干燥的锥形瓶中,于沸水浴中加热 5 min,冷却。在分光光度计波长 390 nm 处,以水为参比,用 3 cm 的比色皿分别测其空白溶液和试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的钛含量。

6.9.5 结果计算

二氧化钛含量以二氧化钛(TiO₂)质量分数 w_6 计,数值以%表示,按公式(9)计算:

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times M_1 / M_2 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \text{..... (9)}$$

式中:

m_1 ——从工作曲线中查出的试验溶液中钛的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线中查出的空白试验溶液中钛的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M_1 ——二氧化钛(TiO₂)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 79.87$);

M_2 ——钛(Ti)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 47.87$)。

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 型、II 型或 IV 型为不大于 0.001 %, III 型为不大于 0.000 5 %。

6.10 氧化铝含量的测定

称取约 0.1 g 按 6.4.2.4.1 处理后的试样,精确至 0.000 2 g。其余按 YS/T 568.4--2008 的规定

进行测定。

氧化铝含量以氧化铝(Al_2O_3)质量分数 w_7 计,数值以%表示,按公式(10)计算:

$$w_7 = \frac{m_1 \times M_1 / 2M_2 \times 10^{-3}}{m \times V_1 / V} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

V ——试验溶液的总体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——分取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m_1 ——从工作曲线中查出的试验溶液中铝的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M_1 ——氧化铝(Al_2O_3)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 101.96$);

M_2 ——铝(Al)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 26.98$)。

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 %。

6.11 比表面积的测定

按照 GB/T 5314 规定的取样方法,称取 1.0 g 试样,精确至 0.000 2 g。其余按 GB/T 19587—2004 中的重量法进行测定。

6.12 粒径的测定

6.12.1 方法提要

同 GB/T 19077.1—2008 第 4 章。

6.12.2 试剂

六偏磷酸钠溶液:2 g/L。

6.12.3 仪器、设备

6.12.3.1 激光粒度测定仪:量程 0.02 μm ~2000 μm ;精度 $\pm 1\%$;检测角度 0° ~ 135° 。

6.12.3.2 超声波分散仪。

6.12.4 分析步骤

6.12.4.1 试验溶液的制备

称取约 0.1 g 试样,置于 100 mL 烧杯中,加入约 20 mL 六偏磷酸钠溶液,在超声波分散仪中振荡 3 min。

6.12.4.2 测定

按仪器说明书规定的程序开启仪器,将试验溶液放入被测器皿中,按照仪器的测定程序进行测定,其结果由计算机进行数据处理。

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。

7 检验规则

7.1 本标准所有项目为出厂检验项目。

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型号的钇稳定二氧化锆为一批。每批产品不超过 2 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入至料层深度的 3/4 料层深处,每袋中至少采取 100 g 样品。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中密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、型号、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,保存时间由生产企业根据实际情况自行确定。

7.4 检验结果如有指标不符合本标准要求,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标准的要求时,则整批产品为不合格。

7.5 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

8.1 钇稳定二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、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”、“怕晒”标志。

8.2 每批出厂的钇稳定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、型号、净含量、批号或生产日期和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 钇稳定二氧化锆外包装采用铁皮桶或牛皮纸桶,内包装采用两层聚乙烯塑料袋,内袋热合或扎口。每桶净含量为 5 kg、10 kg 或 25 kg。也可根据用户要求的规格进行包装。

9.2 钇稳定二氧化锆在运输装卸过程中应轻装、轻卸;应有遮盖物,防止污染、破损,防止雨淋、受潮、曝晒。

9.3 钇稳定二氧化锆应按型号分类、分批贮存于通风、干燥的仓库中,防止雨淋、受潮。

9.4 钇稳定二氧化锆在符合本标准包装、运输、贮存条件下,自生产之日起保质期为 24 个月。

中华人民共和国
化工行业标准
稳定二氧化锆
第1部分:钇稳定二氧化锆

HG/T 4201.1—2011

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25千字

2012年6月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1209

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 违者必究