

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2773—2004

代替 HG/T 2773—1996

### 二氧化锆

Zirconium dioxide

2004-12-14 发布

2005-06-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

本标准对应于俄罗斯标准 ГОСТ 21907—1976 二氧化锆(1990年第四次修改)(俄文版)。本标准与 ГОСТ 21907—1976 的一致性程度为非等效。主要技术差异如下:

——根据我国国情按用途进行分类,分型(本标准的 4.2)。

——增设了氯化物含量、水分二项指标,指标值根据用户要求确定(本标准的 4.2)。

——根据用户要求取消了硫含量、筛余物含量及黑色夹杂物含量三项指标(本标准的 4.2)。

——增加了氯化物含量、粒径、堆积密度、比表面积和水分五项指标的测定方法(本标准的 5.13、5.14、5.15、5.16、5.17)。

——修改了铅钨含量、氧化铁含量、二氧化硅含量、氧化铝含量、二氧化钛含量、氧化钙含量和氧化镁含量的测定方法(本标准的 5.3、5.4、5.5、5.6、5.7、5.8、5.9)。

本标准代替 HG/T 2773—1996 工业二氧化锆。

本标准与 HG/T 2773—1996 工业二氧化锆相比主要技术变化如下:

——按用途进行分类,分型(1996年版的 3.2,本版的 3.4.2)。

——增设了氯化物含量、水分二项指标,指标值根据用户要求确定(1996年版的 3.2,本版的 4.2)。

——取消了用户不要求的氧化钾和硫(以  $\text{SO}_2$  计)含量两项指标(1996年版的 3.2)。

——改进了氧化铁含量、氧化钙含量、氧化镁含量、氧化钠含量测定方法(1996年版的 5.5、5.11、5.12、5.7,本版的 5.4、5.8、5.9、5.10)。

——增设了氯化物含量、粒径、堆积密度、比表面积、水分五项指标的测定方法(本版的 5.13、5.14、5.15、5.16、5.17)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(CSBTS/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院、广东东方锆业科技股份有限公司、沈阳阿斯创矿业有限公司、河南佰利联化学股份有限公司、江西晶安高科技有限公司、宜兴新兴锆业有限公司。

本标准主要起草人:刘幽若、孙亚光、陈潮钿、康蓉、张红、杨民乐、陈忠锡、吕文广、郭凤鑫。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——HG/T 2773—1996。

## 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、贮存。

本标准适用于二氧化锆。该产品主要用于电子工业、陶瓷、耐火材料、光学玻璃、陶瓷色料等行业。

分子式： $ZrO_2$

相对分子质量：123.22(按 2001 年国际相对原子质量)

### 2 规范性引用文件

下列文件的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2000 包装储运图示标志(ISO 780:1997 EQV)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 2590.1—1981 氧化锆、氧化铪中氧化锆和氧化铪含量的测定(苦杏仁酸重量法)

GB/T 2590.3—1981 氧化锆、氧化铪中硅量的测定(硅钼蓝吸光光度法)

GB/T 2590.4—1981 氧化锆、氧化铪中钼量的测定(锆天青 S-氯化十四烷基吡啶吸光光度法)

GB/T 2590.6—1981 氧化锆、氧化铪中钛量的测定(二安替吡啶甲酸吸光光度法)

GB/T 2922 化学试剂 色谱载体比面积的测定方法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987 EQV)

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

### 3 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，一般工业用；II型，耐火材料和陶瓷色料用。

### 4 要求

4.1 外观：白色无定形颗粒。

4.2 二氧化锆应符合表 1 要求。

表 1 要求

指 标	指 标						
	I 类		II 类	III 类			
	粉体	颗粒		I 型		II 型	
	优等品	一等品	一等品	合格品			
锆铪含量(以 $ZrO_2$ 计)质量分数, %	≥	99.5	99.5	99.5	99.0	98.0	97.0
氧化铁( $Fe_2O_3$ )质量分数, %	≤	0.01	0.01	0.005	0.02	0.05	0.10

表 1(完)

指 标	指 标						
	I 类		II 类	III 类			
	粉体	颗粒		I 型		II 型	
			优等品	一等品	一等品	合格品	
二氧化硅(SiO <sub>2</sub> )质量分数, %	≤ 0.02	0.02	—	0.05	0.10	1.0	2.0
氧化铝(Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )质量分数, %	≤ 0.01	—	—	0.001	—	0.8	0.8
二氧化钛(TiO <sub>2</sub> )质量分数, %	≤ 0.01	0.01	0.005	0.10	—	0.22	0.25
氧化钙(CaO)质量分数, %	≤ —	—	—	0.03	0.05	—	—
氧化镁(MgO)质量分数, %	≤ —	—	—	0.02	—	—	—
氧化钠(Na <sub>2</sub> O)质量分数, %	≤ 0.01	0.01	—	0.02	0.05	—	—
灼烧减量质量分数, %	≤ 0.40	0.30	0.30	0.50	0.50	—	—
五氧化二磷(P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )质量分数, %	≤ —	—	—	0.15	0.20	—	—
氯化物(以 Cl 计)质量分数, %	≤ 0.10	—	—	—	—	—	—
水分, %	≤ 0.10	—	0.30	—	—	—	—

注: 粒径(D<sub>50</sub>)、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。

## 5 试验方法

### 5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性, 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, 严禁使用明火加热。

### 5.2 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—1992 中规定的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、试剂及制品, 在没有注明其他要求时, 均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

### 5.3 锆铪含量的测定

#### 5.3.1 方法提要

同 GB/T 2590.1—1981 第 1 章方法提要。

#### 5.3.2 试剂

同 GB/T 2590.1—1981 第 2 章试剂与仪器。

#### 5.3.3 仪器、设备

高温炉: 能控制温度为(900±20)℃。

#### 5.3.4 分析步骤

称取约 0.2 克试样, 精确至 0.000 2 g, 置于铂坩锅中, 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, 蒸发至白烟冒尽, 取下冷却。以下操作按 GB/T 2590.1—1981 第 3 章从“加入 10 mL 盐酸(比重 1.19)于铂皿(坩锅)中……”开始, 至“……在 900℃ 高温炉中灼烧至恒重。”为止。

#### 5.3.5 结果计算

锆铪含量以氧化锆(ZrO<sub>2</sub>)的质量分数 w<sub>1</sub> 计, 数值以 % 表示, 按公式(1)计算:

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

式中:

m<sub>2</sub>——瓷坩锅连同沉淀质量的数值, 单位为克(g);

$m_1$ ——空瓷坩埚质量的数值,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0.2%。

#### 5.4 氧化铁含量的测定

##### 5.4.1 邻菲罗啉分光光度法(仲裁法)

###### 5.4.1.1 方法提要

用抗坏血酸将试液中的三价铁还原成二价铁,在pH2~pH9时,二价铁离子可与邻菲罗啉生成橙红色络合物,使用分光光度计,于最大吸收波长510 nm处测量其吸光度。

###### 5.4.1.2 试剂

(1)硫酸铵。

(2)硫酸。

(3)氨水溶液:1+1。

(4)氨水溶液:2+3。

(5)硫酸溶液:1+1。

(6)抗坏血酸溶液:20 g/L,贮存于棕色瓶中,保存期为14天。

(7)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。

(8)邻菲罗啉溶液:2 g/L。

(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。

###### 5.4.1.3 仪器、设备

分光光度计:配有3 cm比色皿。

###### 5.4.1.4 分析步骤

###### (1)工作曲线的绘制

在六个100 mL容量瓶中分别移入0.00、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40 mL双掩蔽剂,用氨水溶液[5.4.1.2(3)]或硫酸溶液[5.4.1.2(5)]调整pH约为2(用精密pH试纸检验)。加2.5 mL抗坏血酸溶液,用氨水溶液[5.4.1.2(4)]调整pH5.8~pH6.3(用精密pH试纸检验)。将溶液全部移入100 mL容量瓶中,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。

###### (2)测定

称取0.06 g~0.4 g试样(根据铁的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5.4.1.4(1)从“加40 mL双掩蔽剂……”开始,至“……以水调零测量溶液的吸光度。”为止。同时做空白试验。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

###### 5.4.1.5 结果计算

氧化铁含量以氧化铁( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )的质量分数 $w_2$ 计,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3} \times 1.430}{m} \times 100 = \frac{0.143(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

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

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

$m$ ——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%。

## 5.4.2 原子吸收分光光度法

### 5.4.2.1 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分光光度计测量其吸光度。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。

### 5.4.2.2 试剂

(1)硫酸铵。

(2)硫酸。

(3)硫酸溶液:1+5。

(4)氯化锆基体溶液:100 g/L。

将氯化锆重结晶两次,称取 10.00 g 重结晶的氯化锆,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。

(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。

### 5.4.2.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计;配有铁空心阴极灯。

### 5.4.2.4 分析步骤

#### (1)工作曲线的绘制

在四个 100 mL 容量瓶中,用移液管移入 2 mL~10 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 0.00、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铁标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

将原子吸收分光光度计调整至最佳工作状态,用波长 248.3 nm 线,使用空气-乙炔火焰,以水调零,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,以铁含量为横坐标,对应吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

#### (2)测定

称取 0.06 g~0.4 g 试样(根据铁的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 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,用水稀释至刻度,摇匀。同时制备空白试验溶液。

将原子吸收分光光度计调整至最佳工作状态,用波长 248.3 nm 线,使用空气-乙炔火焰,以水调零,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含量。

### 5.4.2.5 结果计算

氧化铁含量以氧化铁( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ )的质量分数  $w_3$  计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3} \times 1.430}{m} \times 100 = \frac{0.143(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

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

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

$m$ ——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%。

## 5.5 二氧化硅含量的测定

按 GB/T 2590.3—1981 规定进行测定。

二氧化硅含量以二氧化硅(SiO<sub>2</sub>)的质量分数  $w_4$  计，数值以%表示，按公式(4)计算：

$$w_4 = \frac{2.139m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100 = \frac{2.139 \times 10^{-4} m_1}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得试样溶液中硅质量的数值，单位为微克(μg)；

$m$ ——试料质量的数值，单位为克(g)；

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%。

## 5.6 氧化铝含量的测定

按 GB/T 2590.4—1981 规定进行测定。

氧化铝含量以氧化铝(Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)的质量分数  $w_5$  计，数值以%表示，按公式(5)计算：

$$w_5 = \frac{1.890m_1 \times 10^{-6}}{m(V_1/V)} \times 100 = \frac{1.89 \times 10^{-4} m_1}{m(V_1/V)} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得试验溶液中铝质量的数值，单位为微克(μg)；

$V_1$ ——分取试验溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

$V$ ——试验溶液的总体积的数值，单位为毫升(mL)；

$m$ ——试料质量的数值，单位为克(g)；

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0.005%，Ⅲ类Ⅰ型不大于0.0005%；Ⅲ类Ⅱ型不大于0.1%。

## 5.7 二氧化钛含量的测定

### 5.7.1 方法提要

同 GB/T 2590.6—1981 第1章方法提要。

### 5.7.2 试剂

同 GB/T 2590.6—1981 第2章试剂。

### 5.7.3 仪器、设备

分光光度计；配有3 cm 比色皿。

### 5.7.4 分析步骤

#### 5.7.4.1 工作曲线的绘制

在六个50 mL容量瓶中分别移入0.00、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，以钛含量为横坐标，对应吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

#### 5.7.4.2 测定

称取0.05 g~0.40 g试样(根据钛含量选择适宜的称样量)，精确至0.001，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 5.7.4.1 从“1 mL 抗坏血酸溶液……”开始, 至“……测量吸光度。”为止。同时做空白试验。

从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中钛的质量。

### 5.7.5 结果计算

二氧化钛含量以二氧化钛( $\text{TiO}_2$ )的质量分数  $w_6$  计, 数值以%表示, 按公式(6)计算:

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6} \times 1.668}{m} \times 100 = \frac{1.668 \times 10^{-4} (m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

$m_1$ ——从工作曲线上查出试验溶液中钛质量的数值, 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%。

## 5.8 氧化钙含量的测定

### 5.8.1 方法提要

以硫酸和硫酸铵溶解试料。在原子吸收分光光度计上, 用波长 422.7 nm 线, 使用空气-乙炔火焰, 采用工作曲线法测定。

### 5.8.2 试剂

5.8.2.1 硫酸铵。

5.8.2.2 硫酸。

5.8.2.3 盐酸溶液: 1+1。

5.8.2.4 氯化镧溶液: 100 g/L。

称取 10 g 氯化镧( $\text{LaCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ), 精确至 0.01 g, 溶解于水中, 用水稀释至 100 mL。

5.8.2.5 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。

### 5.8.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计: 配有钙空心阴极灯。

### 5.8.4 分析步骤

#### 5.8.4.1 工作曲线的绘制

在五个 100 mL 容量瓶中分别移取 0.00、0.30 mL、0.60 mL、0.90 mL、1.20 mL 的钙标准溶液, 加入 5 mL 氯化镧基体溶液[5.4.2.2(4)]和 2 mL 氯化镧溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。

将原子吸收分光光度计调整至最佳工作状态, 用波长 422.7 nm 线, 使用空气-乙炔火焰, 以水调零, 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, 以钙的质量为横坐标, 对应吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

#### 5.8.4.2 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 2 mL 氯化镧溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。同时制备空白试验溶液。

将原子吸收分光光度计调整至最佳工作状态,用波长 422.7 nm 线,使用空气-乙炔火焰,以水调零,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质量。

### 5.8.5 结果计算

氧化钙含量以氧化钙(CaO)的质量分数  $w_7$  计,数值以%表示,按公式(7)计算:

$$w_7 = \frac{(m_1 - m_0) \times 1.399 \times 10^{-3}}{m} \times 100 = \frac{0.1399(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

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

$m_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中钙质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——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%。

## 5.9 氧化镁含量的测定

### 5.9.1 方法提要

以硫酸和硫酸铵溶解试料,在原子吸收分光光度计上,用波长 285.2 nm 线,使用空气-乙炔火焰,采用工作曲线法测定。

### 5.9.2 试剂

#### 5.9.2.1 硫酸铵。

#### 5.9.2.2 硫酸。

#### 5.9.2.3 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。

### 5.9.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有镁空心阴极灯。

### 5.9.4 分析步骤

#### 5.9.4.1 工作曲线的绘制

在六个 100 mL 容量瓶中分别移入 0.00、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 的镁标准溶液,用水稀释至刻度;摇匀。

将原子吸收分光光度计调整至最佳工作状态,用波长 285.2 nm 线,使用空气-乙炔火焰,以水调零,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,以镁的质量为横坐标,对应吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

#### 5.9.4.2 试验溶液的制备

称取约 0.15 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。同时制备空白试验溶液。

#### 5.9.4.3 测定

将原子吸收分光光度计调整至最佳工作状态,用波长 285.2 nm 线,使用空气-乙炔火焰,以水调零,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质量。

### 5.9.5 结果计算

氧化镁含量以氧化镁(MgO)的质量分数  $w_8$  计,数值以%表示,按公式(8)计算:

$$w_8 = \frac{(m_1 - m_0) \times 1.658 \times 10^{-3}}{m} \times 100 = \frac{0.1658(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (8)$$

式中：

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

$m_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中镁质量的数值，单位为毫克(mg)；

$m$ ——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%。

## 5.10 氧化钠含量的测定

### 5.10.1 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分光光度计上，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。

### 5.10.2 试剂

5.10.2.1 硫酸铵。

5.10.2.2 硫酸。

5.10.2.3 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。

### 5.10.3 仪器、设备

火焰光度计或带火焰发射的原子吸收分光光度计。

### 5.10.4 分析步骤

#### 5.10.4.1 工作曲线的绘制

在六个100 mL 容量瓶中分别移入0.00、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 的钠标准溶液，以水稀释至刻度，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，用波长589.0 nm 线，以水调零，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，以钠的质量为横坐标，对应辐射强度为纵坐标，绘制工作曲线。

#### 5.10.4.2 测定

在火焰光度计或带火焰发射的原子吸收分光光度计上，用波长589.0 nm 线，用水调零，测量试验溶液A(5.9.4.2)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质量。

### 5.10.5 结果计算

氧化钠含量以氧化钠( $\text{Na}_2\text{O}$ )质量分数 $w_9$ 计，数值以%表示，按公式(9)计算：

$$w_9 = \frac{(m_1 - m_0) \times 1.348 \times 10^{-3}}{m} \times 100 = \frac{0.1348(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (9)$$

式中：

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

$m_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中钠质量的数值，单位为毫克(mg)；

$m$ ——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%。

## 5.11 灼烧减量的测定

### 5.11.1 分析步骤

称取约5 g 试样，精确至0.000 2 g，置于预先于(900±20)℃下灼烧至恒重的瓷坩埚中，于(900±20)℃下灼烧至恒重。

### 5.11.2 结果计算

灼烧减量的质量分数  $w_{10}$ , 数值以%表示, 按公式(10)计算:

$$w_{10} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中:

$m_1$ ——瓷坩埚和试料灼烧前质量的数值, 单位为克(g);

$m_2$ ——瓷坩埚和试料灼烧后质量的数值, 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%。

### 5.12 五氧化二磷含量的测定

#### 5.12.1 方法提要

在酸性介质中, 磷酸根与钼酸盐生成磷钼酸。经抗坏血酸还原为磷钼蓝, 用分光光度计在760 nm波长处测其吸光度。

#### 5.12.2 试剂

5.12.2.1 焦硫酸钾。

5.12.2.2 硫酸溶液: 1+39。

5.12.2.3 抗坏血酸溶液: 10 g/L, 贮存于棕色瓶中, 保存期为14天。

5.12.2.4 硫酸锆标准溶液: 1 mL溶液含二氧化锆( $ZrO_2$ )0.01 g。

称取13.10 g重结晶两次的氯化锆, 置于300 mL烧杯中, 加水润湿, 加入25 mL浓硫酸, 小心加热至沸并保持三氧化硫气体逸出3 min。冷却后, 小心用5 mL~10 mL水冲洗杯壁, 并重新加热至有三氧化硫气体逸出。冷却, 加200 mL水溶解, 过滤并洗涤, 滤液和洗涤液全部收集到500 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

5.12.2.5 磷标准溶液: 1 mL溶液含磷(P)0.01 mg。

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

5.12.2.6 钼酸铵硫酸溶液: 50 g/L。

称取5.00 g于105℃~110℃下干燥至恒重的钼酸铵。于加热下溶于50 mL~60 mL水中。冷却, 过滤至100 mL容量瓶中, 洗涤。加入10 mL 1+1硫酸溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液在30天内使用。

#### 5.12.3 仪器、设备

分光光度计: 带有1 cm比色皿。

#### 5.12.4 分析步骤

##### 5.12.4.1 工作曲线的绘制

在七个50 mL容量瓶中, 各加入5 mL硫酸锆标准溶液, 分别用移液管加入0.00、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL磷标准溶液, 加硫酸溶液至约30 mL, 加入5 mL钼酸铵溶液, 加入1 mL抗坏血酸溶液, 摇匀, 用硫酸溶液稀释至刻度。将容量瓶在50℃~60℃水浴中放置15 min。

在分光光度计上, 使用1 cm比色皿, 以水调零, 于760 nm波长处测量其吸光度。从每个标准比色溶液的吸光度中减去空白溶液的吸光度, 以磷的质量为横坐标, 相应的吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

##### 5.12.4.2 测定

称取约0.05 g试样, 精确至0.000 2 g, 置于瓷坩埚中, 加入3 g焦硫酸钾, 于500℃~600℃下使之熔融, 旋转坩埚使熔融物混合, 然后于750℃~800℃下灼烧10 min~12 min得到透明的熔融物。冷却, 向坩埚中加入硫酸溶液并加热使其溶解, 冷却, 用漏斗转移至50 mL容量瓶中。加入5 mL钼酸铵溶液, 用硫酸溶液冲洗瓶壁, 加入1 mL抗坏血酸溶液, 混匀, 用硫酸溶液稀释至刻度, 摇匀。于50℃~

60℃水浴中放置 15 min。同时制备空白试验溶液。

在分光光度计上,使用 1 cm 比色皿,以水调零,于 760 nm 波长处测量其吸光度。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中磷的质量。

### 5.12.5 结果计算

五氧化二磷含量以五氧化二磷( $P_2O_5$ )的质量分数  $w_{11}$  计,数值以%表示,按下列公式(11)计算:

$$w_{11} = \frac{(m_1 - m_0) \times 2.292 \times 10^{-3}}{m} \times 100 = \frac{0.2292(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (11)$$

式中:

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

$m_0$ ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中磷质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

2.292——磷换算为五氧化二磷的系数。

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 0.02%。

## 5.13 氯化物含量的测定

### 5.13.1 方法提要

试样溶解后,加硼酸与氟离子反应生成  $BF_4^-$ ,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。

### 5.13.2 试剂

5.13.2.1 氢氟酸。

5.13.2.2 硼酸溶液:200 g/L。

5.13.2.3 硝酸溶液:1+1。

5.13.2.4 硼酸银溶液:17 g/L。

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

用移液管移取 1 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。此溶液现用现配。

### 5.13.3 分析步骤

#### 5.13.3.1 标准比浊溶液的制备

用移液管移取 10 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。

#### 5.13.3.2 测定

称取 0.1 g 试样,精确至 0.001 g,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  $(140 \pm 10)^\circ\text{C}$  保温 50 min,至试样完全溶解。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。

## 5.14 粒径的测定

用激光粒度测定仪进行测定。

## 5.15 堆积密度的测定

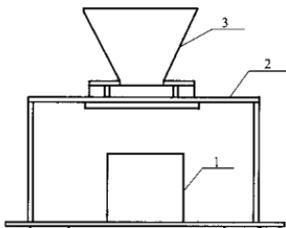
### 5.15.1 方法提要

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。

### 5.15.2 仪器

#### 5.15.2.1 堆积密度的测定装置如图 1 所示。

堆积密度的测定装置:如图 1 所示。



- 1——料罐(500 mL或250 mL);  
2——支架;  
3——漏斗。

图1 堆积密度测定装置图

### 5.15.2.2 料罐体积的测定

将料罐洗净、凉干,盖上玻璃片,称得料罐和玻璃片的质量,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。再称量料罐和玻璃片的质量。

料罐体积  $V$ ,数值以毫升(mL)表示,按公式(12)计算:

$$V = \frac{m_1 - m_2}{\rho_{\text{水}}} \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

$m_1$ ——灌满水的料罐及玻璃片质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——未灌水的料罐及玻璃片质量的数值,单位为克(g);

$\rho_{\text{水}}$ —— $t^{\circ}\text{C}$ 时纯水密度的数值,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。

### 5.15.3 分析步骤

按图1安装好堆积密度测定装置。

称取料罐质量,精确至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1 g。

### 5.15.4 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,按公式(13)计算:

$$\rho = \frac{m_1 - m_2}{V} \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中:

$m_1$ ——料罐和试样质量的数值,单位为克(g);

$m_2$ ——料罐质量的数值,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。

### 5.16 比表面积的测定

称取适量试样,精确至0.001 g,按GB/T 2922规定的方法测定。也可使用仪器提供的标准样品进行测定。

## 5.17 水分的测定

### 5.17.1 仪器、设备

称量瓶：φ50 mm×30 mm。

### 5.17.2 分析步骤

称取约 10 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于预先于 105℃～110℃ 下干燥至恒重的称量瓶中。于 105℃～110℃ 下干燥至恒重。

### 5.17.3 分析结果的表述

水分的质量分数  $w_{12}$ ，数值以 % 表示，按公式(14)计算：

$$w_{12} = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (14)$$

式中：

$m_1$ ——干燥后试料质量的数值，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%。

## 6 检验规则

### 6.1 本标准采用型式检验和出厂检验；

#### 6.1.1 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。

#### 6.1.2 出厂检验

要求中规定的铅铅含量、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。

### 6.2 每批产品不超过 5 t。

6.3 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、批号和采样日期、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。

6.4 二氧化锆由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

6.5 使用单位有权按照本标准的规定对收到的二氧化锆进行验收。验收应在货到之日算起的一个月内进行。

6.6 检验结果中如有一项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，复验结果即使有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品为不合格。

6.7 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

## 7 标志、标签

7.1 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、商标、类别、型号、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号和 GB/T 191—2000 所规定的“怕雨”标志。

7.2 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、商标、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。

## 8 包装、运输、贮存

### 8.1 二氧化锆采用两种包装。

- 8.1.1 牛皮纸桶包装：内包装采用两层聚乙烯塑料薄膜袋和一层塑料编织袋，内袋热合或扎口，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。每桶净重 25 kg 或 50 kg。
- 8.1.2 铁桶包装：内包装采用两层聚乙烯塑料薄膜袋，内袋热合或扎口。外包装采用铁桶，铁桶用压盖形式密封，焊牢。每桶净重 25 kg 或 40 kg。
- 8.1.3 如需其他特殊包装，可由供需双方协商确定。
- 8.2 二氧化锆在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋，受潮。
- 8.3 二氧化锆应贮存在阴凉干燥处，防止雨淋，受潮。
-