

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4201.1—XXXX

代替 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

(征求意见稿)

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

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 4201.1—2011《稳定二氧化锆 第1部分：钇稳定二氧化锆》，与HG/T 4201.1—2011相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了范围（见第1章，2011年版的1）；
- b) 更改了分子式（见第4章，2011年版的3）；
- c) 更改了产品分型（见第5章，2011年版的4）；
- d) 更改了锆铅含量指标要求（见6.2，2011年版的5.2）；
- e) 更改了氧化钇含量指标要求（见6.2，2011年版的5.2）；
- f) 更改了氧化铁含量指标要求（见6.2，2011年版的5.2）；
- g) 删去了氧化铝含量指标要求（见6.2，2011年版的5.2）；
- h) 增加了磺基水杨酸分光光度法测定氧化铁含量的方法（见7.5.2）。

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/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件于2011年首次发布，本次为第一次修订。

稳定二氧化锆

第1部分：钇稳定二氧化锆

1 范围

本文件规定了钇稳定二氧化锆的要求、试验方法、检验规则、标志、标签和随行文件、包装、运输和贮存。

本文件适用于钇稳定二氧化锆。

注：本产品主要用作特种陶瓷的原料。

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 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： $\text{ZrO}_2 \cdot n\text{Y}_2\text{O}_3$

5 产品分类

本产品根据氧化钇的摩尔数不同分为两个型号：

I 型部分稳定二氧化锆：氧化钇含量小于 8 摩尔；

II 型全稳定二氧化锆：氧化钇含量大于等于 8 摩尔。

6 要求

6.1 外观：白色粉末或球型。

6.2 稳定二氧化锆按本标准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 型	II 型
锆钪钇含量 $w/\%$	≥ 99.9	99.9
氧化钇 (Y_2O_3) $w/\%$	4~11	12~20
氧化铁 (Fe_2O_3) $w/\%$	≤ 0.005	0.005
二氧化硅 (SiO_2) $w/\%$	≤ 0.02	0.02
氧化钠 (Na_2O) $w/\%$	≤ 0.01	0.01
二氧化钛 (TiO_2) $w/\%$	≤ 0.005	0.005
比表面积 m^2/g	根据用户要求进行协商	
粒径 (D_{50}) μm	根据用户要求进行协商	

7 试验方法

警示：本试验方法中使用的部分试剂或材料具有腐蚀性，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。挥发性物质、有刺激性气味物质，操作时应在通风良好的通风橱中进行。

7.1 一般规定

本标准所用的试剂或材料和水，在没有注明其它要求时，均指分析纯试剂或材料和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，在没有注明其它规定时，均按HG/T 3696.2和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 锆钪钇含量的测定

7.3.1 苦杏仁酸重量法（仲裁法）

7.3.1.1 原理

同YS 568.1—2008第2章。

7.3.1.2 试剂或材料

同YS 568.1—2008第3章。

7.3.1.3 仪器设备

7.3.1.3.1 铂金坩埚。

7.3.1.3.2 瓷坩埚。

7.3.1.3.3 调温电炉。

7.3.1.3.4 高温炉：温度能控制在 900℃±25℃。

7.3.1.4 试验步骤

称取约0.2 g试样，精确至0.000 2 g，置于铂金坩埚中，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。

7.3.1.5 试验数据处理

锆钪钇含量以质量分数 w_1 计，数值以%表示，按公式(1)计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2)}{m_0} \times 100\% + w_2 \dots\dots\dots (1)$$

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）；

w_2 ——氧化钇的质量分数，以%表示。。

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%。

7.3.2 容量法

7.3.2.1 原理

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。

7.3.2.2 试剂或材料

7.3.2.2.1 焦硫酸钾。

7.3.2.2.2 盐酸羟胺。

7.3.2.2.3 氨水。

7.3.2.2.4 盐酸。

7.3.2.2.5 盐酸溶液：1+1。

7.3.2.2.6 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，其他加入试剂或材料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：

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

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，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%。

7.3.2.2.7 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。

7.3.2.2.8 酚酞指示液: 10 g/L。

7.3.2.3 仪器设备

7.3.2.3.1 瓷坩埚。

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

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

7.3.2.4 试验步骤

7.3.2.4.1 试样的预处理

将试样放入高温炉中,升温至 $800^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 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。

7.3.2.4.2 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 $800^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 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。

7.3.2.4.3 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,其他加入试剂或材料的种类和量与试验溶液相同。

7.3.2.5 试验数据处理

锆钪钇含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_1 = \frac{\rho(V - V_0) \times 10^{-3}}{m \times 50/250} \times 100\% + w_2 \dots \dots \dots (3)$$

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);

w_2 ——氧化钒的质量分数，以%表示。

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 氧化钒含量的测定

7.4.1 原理

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铅钡，加六次甲基四胺调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钒的含量。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 六次甲基四胺。

7.4.2.2 氨水。

7.4.2.3 盐酸。

7.4.2.4 盐酸溶液：1+1。

7.4.2.5 六次甲基四胺缓冲溶液：pH≈5.4；

称取40 g六次甲基四胺加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时补加六次甲基四胺，pH高于5.4时则补加盐酸）。

7.4.2.6 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钒标样，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 六次甲基四胺缓冲溶液（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，其他加入试剂或材料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钒的质量 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,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%。

7.4.2.7 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。

7.4.2.8 硼酸与无水碳酸钠混合熔剂: 1+2。

7.4.3 仪器设备

7.4.3.1 滴定管: 5 mL、10 mL。

7.4.3.2 铂金坩埚。

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

7.4.3.4 高温炉: 温度能控制在 $800^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 、 $1100^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 。

7.4.4 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金坩埚中,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六次甲基四胺,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溶液滴定至淡黄色,即为终点。

同时作空白试验。空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂或材料的种类和量与试验溶液相同。

7.4.5 试验数据处理

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:

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

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%。

7.5 氧化铁含量的测定

7.5.1 硫氰酸铵分光光度法（仲裁法）

7.5.1.1 原理

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。

7.5.1.2 试剂或材料

7.5.1.2.1 硫酸铵。

7.5.1.2.2 硫酸。

7.5.1.2.3 硝酸溶液：1+1。

7.5.1.2.4 过硫酸铵溶液：100 g/L。

7.5.1.2.5 硫氰酸铵溶液：200 g/L。

7.5.1.2.6 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。

7.5.1.3 仪器设备

7.5.1.3.1 分光光度计：带有光程为 3 cm 的比色皿。

7.5.1.3.2 调温电炉。

7.5.1.4 试验步骤

7.5.1.4.1 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。

7.5.1.4.2 测定

称取约1.0 g按7.3.2.4.1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，其他加入试剂或材料的种类和量与试验溶液相同。

7.5.1.5 试验数据处理

氧化铁含量以氧化铁（Fe₂O₃）的质量分数 w_3 计，数值以%表示，按公式(6)计算：

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

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（Fe₂O₃）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不大于0.0005%。

7.5.2 磺基水杨酸分光光度法

7.5.2.1 原理

试样以硫酸-硫酸铵溶液溶解，在pH值为8~11碱性溶液中，铁离子与磺基水杨酸生成黄色络合物[Fe（Sal）₃]³⁻。此络合物颜色与Fe³⁺的含量成正比，在波长425nm处，用可见光分光光度计测其浓度。

7.5.2.2 试剂或材料

7.5.2.2.1 磺基水杨酸溶液：1mol/L；

7.5.2.2.2 盐酸羟胺溶液：0.3 mol/L；

7.5.2.2.3 氨水溶液：1+1；

7.5.2.2.4 碳酸铵溶液：1 mol/L；

7.5.2.2.5 铁标准溶液：1mL 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。

7.5.2.3 仪器设备

分光光度计：带有光程为3 cm的比色皿。

7.5.2.4 试验步骤

7.5.2.4.1 试样的制备

称取约 1g 按 7.3.2.4.1 处理后的试样，精确称量至 0.0002 g，加入 5 g 硫酸铵，摇匀，再加入 5 mL 浓硫酸，盖上表面皿，加热至试样完全溶解（溶液澄清），冷却后转移到 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。按同样方法做一个空白样。

7.5.2.4.2 工作曲线的绘制

移取0 mL、0.5 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL的铁标准溶液，分别置于7个50ml比色管中，分别加入10.00 mL空白样，加入10mL磺基水杨酸溶液、5 mL盐酸羟胺溶液、10 mL氨水溶液、5 mL碳酸铵溶液，用水稀释到刻度，摇匀。在分光光度计425 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。

7.5.2.4.3 测定

取10.00 mL试验溶液于50mL比色管中，以下按7.5.2.4.2条从“加入10 mL的磺基水杨酸溶液”开始，至“用水稀释到刻度，摇匀”为止。以空白溶液，与试样颜色最相近的两个标样为参比，在分光光度计上于425 nm处，测定试验溶液的吸光度。

同时作空白试验。空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂或材料的种类和量与试验溶液相同。

7.5.2.5 试验数据处理

氧化铁含量以氧化铁（Fe₂O₃）的质量分数 w_3 计，数值以%表示，按公式(7)计算：

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_2) M_1 / 2M_2 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

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（Fe₂O₃）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，两次平行测定的绝对差值不大于 0.0005%。

7.6 二氧化硅含量的测定

7.6.1 原理

同SY/T 568.3—2008第2章。

7.6.2 试剂或材料

7.6.2.1 光谱纯二氧化锆。

7.6.2.2 其余同 SY/T 568.3—2008 第3章。

7.6.3 仪器设备

7.6.3.1 分光光度计：带有光程为 1 cm 的比色皿。

7.6.3.2 调温电炉。

7.6.4 试验步骤

7.6.4.1 工作曲线的绘制

称取约1 g光谱纯二氧化锆7份，精确至0.000 2 g，置于30 mL铂金坩埚中，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、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。

7.6.4.2 测定

称取约0.5 g按7.3.2.4.1处理后的试样，准确至0.000 2 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，其他加入试剂或材料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。

7.6.5 试验数据处理

二氧化硅含量以二氧化硅(SiO₂)质量分数 w_4 计，数值以%表示，按公式(8)计算：

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times M_1 / M_2 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

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（SiO₂）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%。

7.7 氧化钠含量的测定

7.7.1 原理

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。

7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1 硫酸铵。

7.7.2.2 硫酸。

7.7.2.3 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。

7.7.3 仪器设备

7.7.3.1 火焰分光光度计或带火焰发射的原子吸收分光光度计。

7.7.3.2 调温电炉。

7.7.4 试验步骤

7.7.4.1 试验溶液的制备

称取约1.25 g按7.3.2.4.1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。

7.7.4.2 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。

7.7.5 试验数据处理

氧化钠含量以氧化钠(Na₂O)质量分数 w_5 计，数值以%表示，按公式(9)计算：

$$w_5 = \frac{m_1 \times M_1 / 2M_2 \times 10^{-3}}{m \times 20 / 250} \times 100\% \dots\dots\dots (9)$$

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（Na₂O）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不大于0.001%。

7.8 二氧化钛含量的测定

7.8.1 原理

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，钛与二安替吡啶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。

7.8.2 试剂或材料

7.8.2.1 硫酸铵。

7.8.2.2 硫酸。

7.8.2.3 盐酸。

7.8.2.4 抗坏血酸溶液：10 g/L。

7.8.2.5 草酸溶液：100 g/L。

7.8.2.6 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。

7.8.2.7 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。

7.8.3 仪器设备

7.8.3.1 分光光度计：带有光程为3 cm 的比色皿。

7.8.3.2 调温电炉。

7.8.4 试验步骤

7.8.4.1 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的草酸溶液，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。

7.8.4.2 试验溶液的制备

称取约1.0 g按7.3.2.4.1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二安替吡啉甲烷溶液，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，其他加入试剂或材料的种类和量与试验溶液相同。

7.8.4.3 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。

7.8.5 试验数据处理

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：

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

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不大于0.000 5%。

7.9 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。

7.10 粒径的测定

7.10.1 原理

同GB/T 19077.1—2008第4章。

7.10.2 试剂或材料

六偏磷酸钠溶液：2 g/L。

7.10.3 仪器设备

7.10.3.1 激光粒度测定仪：量程 0.02 μm~2000 μm；精度 ±1%；检测角度 0°~135°。

7.10.3.2 超声波分散仪。

7.10.4 试验步骤

7.10.4.1 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。

7.10.4.2 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。

8 检验规则

8.1 本标准所有项目为出厂检验项目。

8.2 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。

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四分之三料层深处，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。

8.4 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。

8.5 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。

9 标志、标签和随行文件

9.1 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。

9.2 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。

10 包装、运输、贮存

10.1 钇稳定二氧化锆外包装采用塑料桶或牛皮纸桶，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。

10.2 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。

10.3 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。

10.4 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。
