

ICS 71.060.20

CCS G13

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2773—XXXX

代替 HG/T 2773—2012

二氧化锆

Zirconium dioxide

(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

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 2773—2012《二氧化锆》，与 HG/T 2773—2012 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- a) 更改了分类（见第 5 章，2012 年版的第 4 章）；
- b) 删除了氧化镁和水分指标项目（见 2012 年版的 4.2）；
- c) 更改了锆钪含量、氧化铁等 8 项指标要求，按新的分类进行调整（见 5.2，2012 年版的 4.2）；
- d) 删除了苦杏仁酸重量法测定锆钪含量（见 2012 年版的 6.4.1）；
- e) 更改了络合滴定法试验步骤（见 7.3，2012 年版的 6.4.2）；
- f) 删除了原子吸收分光光度法（见 2012 年版的 6.5.2、6.9、6.10、6.11）；
- g) 增加了电感耦合等离子体发射光谱法测定二氧化硅含量、氧化铁含量、二氧化钛含量等 7 项指标含量（见 7.8）；
- h) 增加了摩尔法测定氯化物含量（见 7.10.1）；
- i) 增加了 X 射线荧光光谱法测定电熔法二氧化锆各项指标含量（见 7.11）。

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：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1996 年首次发布为 HG/T 2773—1996，2004 年第一次修订，2012 年第二次修订；

——本次为第三次修订。

二氧化锆

1 范围

本文件规定了二氧化锆的分类、要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件、包装、运输和贮存。本文件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 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

GB/T 21114 耐火材料 X 射线荧光光谱化学分析 熔铸玻璃片法

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

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：ZrO₂

相对分子质量：123.22（按 2022 年国际相对原子质量）。

4 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

5 分类

二氧化锆分为 2 类：

I 类：化学法二氧化锆；

II 类：电熔法二氧化锆。

6 要求

6.1 外观：I 类产品为白色粉末，II 类产品为淡黄色颗粒或粉末。

6.2 二氧化锆按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 技术要求。

表 1

项 目	指 标					
	I 类			II 类		
	优等品	一等品	合格品	一等品	合格品	
锆钪含量（以 ZrO_2 计） w/%	\geq	99.5	99.5	99.0	98.5	98.0
氧化铁（ Fe_2O_3 ） w/%	\leq	0.005	0.01	0.02	0.05	0.10
二氧化硅（ SiO_2 ） w/%	\leq	0.02	0.03	0.05	0.3	0.6
氧化铝（ Al_2O_3 ） w/%	\leq	0.01	0.02	0.05	0.3	0.6
二氧化钛（ TiO_2 ） w/%	\leq	0.005	0.01	0.02	0.20	0.25
氧化钙（ CaO ） w/%	\leq	0.01	0.02	0.03	—	—
氧化钠（ Na_2O ） w/%	\leq	0.01	0.02	0.05	—	—
灼烧减量 w/%	\leq	0.3	0.3	0.5	—	—
氯化物（以 Cl 计） w/%	\leq	0.1	0.1	0.1	—	—
氧化镁含量、中位粒径（ D_{50} ）、堆积密度、比表面积在用户有要求时按本文件规定的方法测定，其指标应符合用户要求。						

7 试验方法

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。

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。

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 锆钪含量的测定（适用于Ⅰ类产品）

7.3.1 原理

在硫酸介质中，锆氧离子（ ZrO^{2+} ）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，溶液呈黄色即为终点。

7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 焦硫酸钾。

7.3.2.2 盐酸羟胺溶液：100g/L。

7.3.2.3 氨水：1+1。

7.3.2.4 硫酸：1+6。

7.3.2.5 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液： ρ （以 ZrO_2 计） ≈ 3 g/L，按下面方法进行配制、标定和计算。

a) 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1000 mL，摇匀。

b) 标定：称取约2.5 g焦硫酸钾，平铺于瓷坩埚（或铂坩埚）中，在电炉上加热熔化至水分蒸干。称取约0.1 g已于 $105\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定的光谱纯二氧化锆（精确至0.0002 g），置入坩埚中，再盖上约2.5 g焦硫酸钾，在电炉上加热熔化至水分蒸干。将坩埚置于高温炉中，炉温缓慢升到 $800\text{ }^\circ\text{C}$ ，恒温30 min，取出冷却。将坩埚放入250 mL烧杯中，加20 mL硫酸溶液，缓慢加入热水至约100 mL，待熔块溶解后，用热水洗净坩埚及盖，用水稀释至约150 mL。置于电炉上煮沸，取下稍冷后加入适量二甲酚橙指示剂和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暗红色。加8 mL氨水溶液，煮沸，继续用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至暗红色。再加2 mL~3 mL氨水溶液，使溶液的pH为1~2（用精密pH试纸检验），煮沸，继续用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液变为亮黄色且煮沸后不再变红即为终点。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。

c) 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的浓度以二氧化锆（ ZrO_2 ）的质量浓度 ρ 计，数值以克每升（g/L）表示，按公式（1）计算：

$$\rho = \frac{m \times w}{(V - V_0) \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (1)$$

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%。

7.3.2.6 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。

7.3.3 仪器设备

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

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

7.3.4 试验步骤

称取约2.5 g焦硫酸钾，平铺于瓷坩埚（或铂坩埚）中，在电炉上加热熔化至水分蒸干。称取约0.1 g试样（精确至0.0002 g），置入坩埚中，再盖上约2.5 g焦硫酸钾，在电炉上加热熔化至水分蒸干。将坩埚置于高温炉中，炉温缓慢升到 $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，恒温30 min，取出冷却。将坩埚放入250 mL烧杯中，加20 mL硫酸溶液，缓慢加入热水至约100 mL，待熔块溶解后，用热水洗净坩埚及盖，用水稀释至约150 mL。置于电炉上煮沸，取下稍冷后加入适量二甲酚橙指示剂和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暗红色。加8 mL氨水溶液，煮沸，继续用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至暗红色。再加2 mL~3 mL氨水溶液，使溶液的pH为1~2（用精密pH试纸检验），煮沸，继续用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液变为亮黄色且煮沸后不再变红即为终点。

7.3.5 试验数据处理

锆钪含量以二氧化锆（ ZrO_2 ）的质量分数 w_1 计，按公式（2）计算：

$$w_1 = \frac{\rho(V - V_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ ——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%。

7.4 氧化铁含量的测定——1,10-菲罗啉分光光度法（仲裁法，适用于I类产品）

7.4.1 原理

试样用硫酸和硫酸铵溶解，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1,10-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。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 硫酸铵。

7.4.2.2 硫酸。

7.4.2.3 氨水溶液：1+1。

7.4.2.4 硫酸溶液：1+1。

7.4.2.5 抗坏血酸溶液：20 g/L。

贮存于棕色瓶中，保存期为 14 d。

7.4.2.6 双掩蔽剂。

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。

7.4.2.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液（pH≈4.5）。

7.4.2.8 1,10-菲啰啉溶液：2 g/L。

7.4.2.9 铁标准溶液：1mL 溶液含铁（Fe）0.01 mg。

用移液管移取 1mL 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。

7.4.3 仪器设备

分光光度计：配有 3 cm 比色皿。

7.4.4 试验步骤

7.4.4.1 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 1,10-菲啰啉溶液，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。

7.4.4.2 试验步骤

称取 0.25 g~1 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，冷却至室温，加水至约 40 mL。以下操作按 7.4.4.1 的规定，从“加 10 mL 双掩蔽剂，……”开始，至“……以水调零测量溶液的吸光度。”为止。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。

7.4.5 试验数据处理

氧化铁含量以三氧化二铁（Fe₂O₃）的质量分数 w_2 计，按公式（3）计算：

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

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不大于 0.001 %。

7.5 二氧化硅含量的测定（仲裁法，适用于 I 类产品）

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（ SiO_2 ）的质量分数 w_3 计，按公式（4）计算：

$$w_3 = w_{\text{Si}} \times 2.139 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

w_{Si} ——测定的硅的质量分数，%；

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不大于 0.004%。

7.6 氧化铝含量的测定（仲裁法，适用于 I 类产品）

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（ Al_2O_3 ）的质量分数 w_4 计，按公式（5）计算：

$$w_4 = w_{\text{Al}} \times 1.890 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

w_{Al} ——测定的铝的质量分数，%；

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不大于 0.002%。

7.7 二氧化钛含量的测定（仲裁法，适用于 I 类产品）

7.7.1 原理

同 YS/T 568.6—2008 第 2 章。

7.7.2 试剂或材料

同 YS/T 568.6—2008 第 3 章。

7.7.3 仪器设备

分光光度计：配有 3cm 比色皿。

7.7.4 试验步骤

7.7.4.1 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。

7.7.4.2 试验步骤

称取 0.5 g~1.0 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 7.7.4.1 的规定，从“1 mL 抗坏血酸溶液……”开始，至“……测量吸光度”为止。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。

7.7.5 试验数据处理

二氧化钛含量以二氧化钛（TiO₂）的质量分数 w_5 计，按公式（6）计算：

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

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（ μg ）；

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（ μg ）；

m ——试样质量的数值，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：优等品和一等品不大于 0.001%，合格品不大于 0.002%。

7.8 二氧化硅含量、氧化铁含量、二氧化钛含量、氧化钠含量、氧化钙含量、氧化铝含量、氧化镁含量的测定——电感耦合等离子体发射光谱法（适用于 I 类产品）

7.8.1 原理

试样用硫酸和硫酸铵溶解，使用电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）测定试样中的二氧化硅含量、氧化铁含量、二氧化钛含量、氧化钠含量、氧化钙含量、氧化铝含量和氧化镁含量。

7.8.2 试剂或材料

7.8.2.1 硫酸（优级纯）。

7.8.2.2 硫酸铵（优级纯）。

7.8.2.3 二氧化锆基体溶液：1 mL 溶液含二氧化锆（ZrO₂）0.05 g。

称取 34.50 g 氯氧化锆（ZrOC1₂·8H₂O），加入 20 mL 水，20 mL 盐酸（优级纯），加热溶解，

冷却后移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.8.2.4 铁标准溶液：1 mL 溶液含有铁（Fe）0.10 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.8.2.5 硅标准溶液：1 mL 溶液含有硅（Si）0.10 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硅贮备标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.8.2.6 铝标准溶液：1 mL 溶液含有铝（Al）0.10 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铝贮备标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.8.2.7 钛标准溶液：1 mL 溶液含有钛（Ti）0.10 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钛贮备标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.8.2.8 钙标准溶液：1 mL 溶液含有钙（Ca）0.10 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钙贮备标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.8.2.9 钠标准溶液：1 mL 溶液含有钠（Na）0.10 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠贮备标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.8.2.10 镁标准溶液：1 mL 溶液含有镁（Mg）0.10 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镁贮备标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.8.2.11 水：符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

7.8.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）。

7.8.4 试验步骤

7.8.4.1 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中。加 3 g 硫酸铵和 5 mL 硫酸，置于电炉上加热至试样完全溶解，加水至约 40 mL。冷却至室温后转移至 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，除不加试样外其他操作及加入试剂的种类和量与测定试验相同。

7.8.4.2 工作曲线的绘制

按表 2 的要求移取相应体积的各元素标准溶液，分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中，在每个容量瓶中分别加入 20.0 mL 二氧化锆基体溶液、2.0 mL 硫酸，用水稀释至刻度，摇匀。

表 2

元素	移取标准溶液的体积/mL					
	1	2	3	4	5	6
铁	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
硅	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
铝	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
钛	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
钙	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
钠	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
镁	0.00	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00

在仪器最佳的测定条件下，按表 3 给出的元素测定波长，测量工作曲线中各待测元素的发射强度。以待测元素的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的发射强度为纵坐标绘制工作曲线。

表 3

元素	铁	硅	铝	钛	钙	钠	镁
测定波长/nm	259.940	251.611	308.215 396.152 167.081	334.941	393.366	589.592	279.553

7.8.4.3 试验

按 7.8.4.2 相同条件测量试验溶液和空白试验溶液中各待测元素的发射强度。从工作曲线上查出待测元素的质量浓度（mg/L）。

7.8.5 试验数据处理

各元素氧化物含量以质量分数 w_x 计，按公式（7）计算：

$$w_x = \frac{(\rho_x - \rho_0)M_x \times 0.1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

ρ_x ——从工作曲线查得的试验溶液中各元素浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ——从工作曲线查得的空白试验溶液中各元素浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

M_x ——各元素换算为其氧化物的系数（ $M_{SiO_2}=2.139$ ； $M_{Fe_2O_3}=1.430$ ； $M_{TiO_2}=1.668$ ； $M_{Na_2O}=1.348$ ； $M_{CaO}=1.399$ ； $M_{Al_2O_3}=1.890$ ； $M_{MgO}=1.658$ ）。

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 %。

7.9 灼烧减量的测定

7.9.1 仪器设备

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

7.9.2 试验步骤

称取约 5 g 试样（精确至 0.0002 g），置于预先于 900 °C ± 20 °C 的高温炉中灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，于 900 °C ± 20 °C 下灼烧至质量恒定。

7.9.3 试验数据处理

灼烧减量的质量分数 w_6 ，按公式（8）计算：

$$w_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

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%。

7.10 氯化物含量的测定

7.10.1 莫尔法（仲裁法）

7.10.1.1 原理

用硝酸银标准滴定溶液滴定，试样中氯离子与银离子生成白色氯化银沉淀，过量的硝酸银与铬酸钾生成砖红色铬酸银沉淀指示终点。

7.10.1.2 试剂或材料

7.10.1.2.1 氢氟酸。

7.10.1.2.2 氢氧化钠溶液：4 g/L。

7.10.1.2.3 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

7.10.1.2.4 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯（Cl）0.10 mg。

用移液管移取 10 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。

7.10.1.2.5 铬酸钾溶液：50 g/L。

7.10.1.2.6 酚酞指示液：10 g/L。

7.10.1.3 仪器设备

微量滴定管：分度值为 0.02 mL 或 0.05 mL。

7.10.1.4 试验步骤

称取约 0.5 g 试样（精确至 0.0002 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 °C ± 10 °C 保温约 50 min，至试样完全溶解。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，准确加入 10.0 mL 氯化物标准溶液，用水稀释至约 50 mL，滴

加2滴酚酞指示液，用氢氧化钠溶液调节试验溶液为微红色（pH约为7~8）。加入2 mL铬酸钾溶液，使用微量滴定管，用硝酸银标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为砖红色为终点（近终点时需剧烈搅拌）。

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）与测定试验相同。

7.10.1.5 试验数据处理

氯化物含量以氯（Cl）的质量分数 w_7 计，按公式（9）计算：

$$w_7 = \frac{[(V - V_0)/1000]cM}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (9)$$

式中：

V ——滴定试验溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0 ——滴定空白试验所消耗的硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——试样质量的数值，单位为克（g）；

M ——氯（Cl）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=35.45$ ）。

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 %。

7.10.2 目视比浊法

7.10.2.1 原理

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。

7.10.2.2 试剂或材料

7.10.2.2.1 氢氟酸。

7.10.2.2.2 硼酸溶液：200 g/L。

7.10.2.2.3 硝酸溶液：1+1。

7.10.2.2.4 硝酸银溶液：17 g/L。

7.10.2.2.5 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 配制的氯化物标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.3 试验步骤

7.10.2.3.1 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。

7.10.2.3.2 试验

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。

用目视法判定，如果所产生的白色混浊深于标准比浊溶液，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 锆钪含量、氧化铁含量、二氧化硅含量、氧化铝含量和二氧化钛含量的测定——X 射线荧光光谱法（适用于 II 类产品）

按 GB/T 21114 规定的方法进行测定。

7.12 中位粒径 (D_{50}) 的测定

用激光粒度测定仪进行测定。

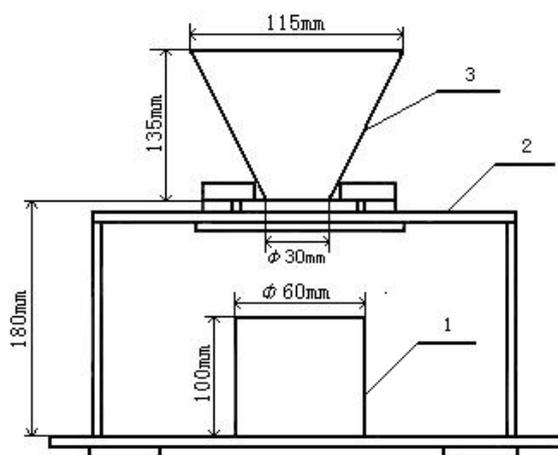
7.13 堆积密度的测定

7.13.1 原理

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。

7.13.2 仪器设备

堆积密度的测定装置如图 1 所示。



标引序号说明：

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

图 1 堆积密度测定装置

7.13.3 试验步骤

7.13.3.1 料罐容积的测定

将料罐洗净、凉干，盖上玻璃片，称得料罐和玻璃片的质量（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，按公式（10）计算：

$$V = \frac{m_1 - m_2}{\rho_{\text{水}}} \dots\dots\dots (10)$$

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。

7.13.3.2 试验

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，使试料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），称量试料和料罐的质量，精确至 0.1 g。

7.13.4 试验数据处理

堆积密度以单位体积的质量 ρ 计，数值以克每毫升（g/mL）表示，按公式（11）计算：

$$\rho = \frac{m_1 - m_2}{V} \dots\dots\dots (11)$$

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。

7.14 比表面积的测定

称取适量试样（约 0.08 g），于 250 °C 下脱气 2 h，按 GB/T 19587 规定的方法进行测定，结果按 BET 方程计算，被吸附气体量的测定方法使用静态容量法。

8 检验规则

8.1 型式检验和出厂检验符合下列规定。

a) 第 6 章中规定的所有指标项目为型式检验项目，在正常情况下每 3 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：

- 1) 更新关键生产工艺;
- 2) 主要原料有变化;
- 3) 停产又恢复生产;
- 4) 与上次型式检验有较大差异;
- 5) 合同规定。

b) 第 6 章规定的铅含量、氧化铁含量、二氧化硅含量、氧化钠含量、灼烧减量 5 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, 出厂检验项目中应增加氧化钙含量。

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二氧化锆为一批。I 类每批产品不超过 5 t, II 类每批产品不超过 15 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。

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标准。

8.5 检验结果中如有指标不符合本文件要求时, 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文件要求时, 则整批产品为不合格。

9 标志和随行文件

9.1 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文件编号以及 GB/T 191 规定的“怕雨”标志。

9.2 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、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

10 包装、运输和贮存

10.1 二氧化锆采用以下包装方式。

a) 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。

b) 塑料编织袋包装: 内包装采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。

c) 如需其它特殊包装, 可由供需双方协商确定。

10.2 二氧化锆在运输过程中应有遮盖物, 防止雨淋, 受潮。

10.3 二氧化锆应贮存在阴凉干燥处, 防止雨淋, 受潮。