

中华人民共和国

国家标准

氧化锆、氧化钪中氧化锆和
氧化钪含量的测定
(苦杏仁酸重量法)

GB 2590.1—81

总则及一般规定按GB 1467—78执行。

1. 方法提要

在2.4~3N的热盐酸溶液中，加入苦杏仁酸使之生成难溶性的苦杏仁酸锆钪白色絮状沉淀，陈化后转变为结晶型沉淀。沉淀于900℃灼烧，以氧化物形式称重。

测定范围：75~99%。

2. 试剂与仪器

硫酸（比重1.84）。

氢氟酸（比重1.15）。

盐酸（比重1.19）。

氢氧化铵（比重0.90）。

酚酞溶液（1%）：称取1克酚酞，溶于50毫升乙醇中，用水稀释至100毫升，混匀。

苦杏仁酸溶液（16%）：过滤后使用。

洗涤液：500毫升水中溶解25克苦杏仁酸及10毫升盐酸（比重1.19）。

高压溶样装置（原则上使用如下图所示的装置）。

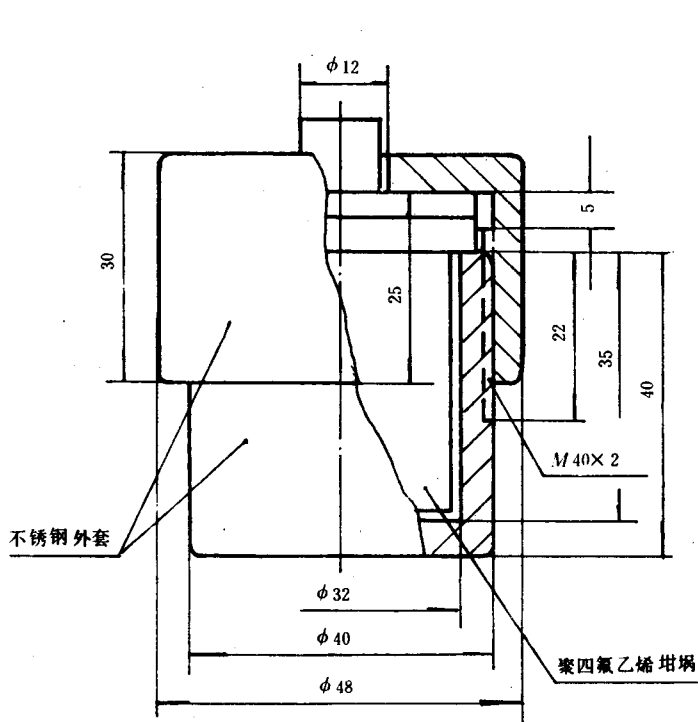


图1 高压溶样装置

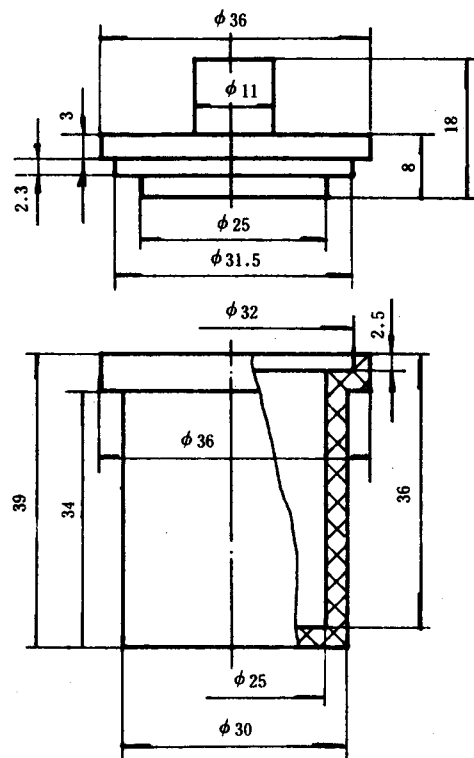


图2 聚四氟乙烯坩埚

3. 分析步骤

称取0.2000克试样，置于高压溶样装置的聚四氟乙烯坩埚中，加入3毫升氢氟酸（比重1.15），盖上坩埚盖，旋紧高压套，在 $140 \pm 10^\circ\text{C}$ 保温50分钟，至试样完全溶解^①。冷却后，将坩埚中的试样溶液用水移入100毫升铂皿中，加入2毫升硫酸（比重1.84），在电炉上加热，蒸发至冒浓厚白烟，取下冷却，用水吹洗铂皿壁，继续加热至冒尽白烟，取下冷却。加入10毫升盐酸（比重1.19）于铂皿中，加热，使铂皿中干涸物溶解后，用水移入250毫升烧杯中，并稀释至100毫升。加入3滴1%酚酞溶液，滴加氢氧化铵（比重0.90）至溶液变红色，过量数滴，加热至沸，取下。趁热用中速定量滤纸过滤，并用pH8的微碱性热水洗涤烧杯。再洗涤沉淀7次。将沉淀连同滤纸放回原烧杯中，加入25毫升盐酸（比重1.19），加热溶解沉淀并捣碎滤纸，用水稀释至100毫升，加热至沸，取下。加入50毫升16%苦杏仁酸溶液，继续加热至沸，移置沸水浴上，保温2小时^②。以中速定量滤纸过滤，用洗涤液洗涤沉淀和滤纸6~8次。将沉淀连同滤纸放在已灼烧至恒重的瓷坩埚中，烘干，灰化，在 900°C 高温炉中灼烧至恒重。

氧化锆加氧化铪的百分含量按下式计算：

$$\text{ZrO}_2 + \text{HfO}_2 (\%) = \frac{W_1 - W_2}{W} \times 100$$

式中： W_1 ——沉淀与坩埚的重量（克）；

W_2 ——空坩埚的重量（克）；

W ——称样量（克）。

4. 允许差

氧化锆试样：

（氧化锆 + 氧化铪）含量（%）	允许差（%）
90 ~ 99	1.0

氧化铪试样：

（氧化铪 + 氧化锆）含量（%）	允许差（%）
75 ~ 90	1.5

注：① 如试样易溶于氢氟酸中，则可不用高压溶样装置，用铂皿即可。

② 若不在沸水浴上保温，则要放置过夜。