

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 568.1—2008
代替 YS/T 568.1—2006

氧化锆、氧化铪化学分析方法 氧化锆和氧化铪含量的测定 苦杏仁酸重量法

Chemical analysis methods for zirconium oxide and hafnium oxide—
Determination of zirconium oxide and hafnium oxide total content—
Mandelic acid gravimetric method

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

前 言

YS/T 568《氧化锆、氧化铪化学分析方法》共分为 11 个部分：

- 第 1 部分：氧化锆和氧化铪含量的测定 苦杏仁酸重量法；
- 第 2 部分：铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法；
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：铝量的测定 铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法；
- 第 5 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：钛量的测定 二安替吡啶甲烷分光光度法；
- 第 7 部分：磷量的测定 钼盐-抗坏血酸-磷钼蓝分光光度法；
- 第 8 部分：氧化锆中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、铪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 9 部分：氧化铪中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、铪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 10 部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法；
- 第 11 部分：镍量的测定 α -联吡啶甲酰二肼分光光度法。

本部分为第 1 部分。

本部分代替 YS/T 568.1—2006《氧化锆、氧化铪中氧化锆和氧化铪含量的测定》(原 GB/T 2590.1—1981)。

本部分与 YS/T 568.1—2006 相比主要变化如下：

- 增加了“7.1 重复性”条款；
- 增加了“8 质量保证与控制”条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分主要起草人：佟伶、李娜、胡振平。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 2590.1—1981、YS/T 568.1—2006。

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

1 范围

本部分规定了氧化锆及氧化钪中氧化锆和氧化钪含量的测定方法。

本部分适用于氧化锆及氧化钪中氧化锆和氧化钪含量的测定。测定范围:75%~99%。

2 方法提要

在 2.4 mol/L~3 mol/L 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,以氧化物形式称量。

3 试剂

3.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL),优级纯。

3.2 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL),优级纯。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL),优级纯。

3.4 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.5 酚酞溶液(10 g/L)。

3.6 苦杏仁酸溶液(160 g/L),过滤后使用。

3.7 洗涤液:25 g 苦杏仁酸溶解于 500 mL 水中,并加入 10 mL 盐酸(3.3)。

4 仪器

箱式高温炉和高压溶样装置。

5 分析步骤

5.1 试料

称取试样 0.20 g,精确至 0.000 1 g。

5.2 测定次数

独立的进行两次测定,取其平均值。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于高压溶样装置的聚四氟乙烯坩埚中,加入 3 mL 氢氟酸(3.2),盖上坩埚盖,旋紧高压套,在 140℃保温 50 min,至试料完全溶解(如试料易溶于氢氟酸中,则可不用高压溶样装置,用铂皿即可)。冷却后,将坩埚中的试料溶液用水移入 100 mL 铂皿中,加入 2 mL 硫酸(3.1),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。

5.3.2 加入 10 mL 盐酸(3.3)于铂皿中,加热,使铂皿中干涸物溶解后,用水移入 250 mL 烧杯中,并稀释至 100 mL。加入 3 滴酚酞溶液(3.5),滴加氨水(3.4)至溶液变红色,过量数滴,加热至沸,取下。

5.3.3 趁热用中速定量滤纸过滤,并用 pH 8 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 mL 盐酸(3.3),加热溶解沉淀并捣碎滤纸,用水稀释至 100 mL,加热至沸,取下。加入 50 mL 苦杏仁酸溶液(3.6),继续加热至沸,移置沸水浴上,保温 2 h(若不在沸水浴上保温,