



中华人民共和国电子行业标准

SJ/T 10722—1996

电子玻璃用锆英石粉

Zircon powder for use in
electronic glass

1996-07-22 发布

1996-11-01 实施

中华人民共和国电子工业部 发布

前 言

本标准是为适应电子玻璃用原材料—锆英石粉的需要而制定的。由于目前还没有相应的国际标准,因此本标准在技术指标和试验方法上,以国内主要生产、使用单位多年积累的数据和经验为基础,并参考了有关公司资料,具有一定的先进性和实施条件。

本标准中,对某种元素如有多种试验方法,则规定了一种仲裁方法。

本标准由电子工业部标准化研究所归口。

本标准由电子工业部标准化研究所,广东水东稀有金属实业公司负责起草。

本标准主要起草人:卢键、李广会、潘土兴、刘承钧、刘筠、邓世文。

中华人民共和国电子行业标准

电子玻璃用锆英石粉

SJ/T 10722—1996

Zircon powder for use in
electronic glass

1 范围

本标准规定了电子玻璃用锆英石粉的要求, 检验规则, 试验方法, 包装、标志、运输和贮存。
本标准适用于电子玻璃用锆英石粉。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 9000.1 电子玻璃化学分析方法总则

3 要求

3.1 外观

电子玻璃用锆英石粉应为白色、灰白色或略带红黄色的粉末。

3.2 粒度分布

电子玻璃用锆英石粉的粒度分布, 见表 1

表 1

粒 径 mm	百分含量 %	
	玻壳用	低熔点玻璃粉用
>0.106	0	—
>0.074	<10	0
>0.043	—	<10
<0.043	—	>90
注: 如有特殊要求, 由供需双方协商。		

3.3 化学组成

电子玻璃用锆英石粉的化学组成, 见表 2

中华人民共和国电子工业部 1996-07-22 批准

1996-11-01 实施

表 2

组 成	含 量 %
ZrO ₂ (含 HfO ₂)	>65.0
SiO ₂	<34.0
Al ₂ O ₂	<0.80
Fe ₂ O ₃ (全铁)	<0.10
TiO ₂	<0.30
CaO	<0.15
MgO	<0.15
Cr ₂ O ₃ (全铬)	<0.0010
注:如有特殊要求,由供需双方协商。	

3.4 附着水

电子玻璃用锆英石粉的附着水含量不得大于 0.3%。

4 试验方法

4.1 外观

用目视法进行外观检查。

4.2 粒度分布的测定

4.2.1 仪器及试样

- a. 标准筛:0.106,0.074,0.043mm;
- b. 试样:试样在 105℃ 下烘 1h,然后取 50g 进行测定。

4.2.2 试验步骤

- 4.2.2.1 检查标准筛,应无任何破损,配合紧密。测定前必须将标准筛清洗干净。
- 4.2.2.2 测定玻壳用锆英石粉时,称取 50g 试样两个,分别置于 0.106 和 0.074mm 的标准筛中。

测定低熔点玻璃粉用锆英石粉时,称取 50g 试样两个,分别置于 0.074mm 和 0.043mm 的标准筛中。

- 4.2.2.3 将放有试样的各筛分别置于预先准备好的清水中,手工摇动,直至试样不从筛孔中漏下去为止,避免在操作过程中试样遗漏。

- 4.2.2.4 将各筛烘干,分别取出筛上物,称量。

4.2.3 结果的说明

- 4.2.3.1 对玻壳用锆英石粉,0.106mm 的标准筛筛上物应为 0;0.074mm 标准筛筛上物应不大于 5g。
- 4.2.3.2 对低熔点玻璃粉用锆英石粉,0.074mm 的标准筛筛上物应为 0;0.043mm 标准筛筛上物应不大于 5g。

4.3 化学组成的测定

将试样先在玛瑙研钵中充分研细到手指用力拈摸时无颗粒感,再将研细的石粉置于称量

瓶中,在 105℃ 下干燥 2h,并于干燥器中放冷后备用。其化学组成测定总则按 GB 9000.1 的规定进行。

4.3.1 二氧化锆的测定

4.3.1.1 方法要点

试样用混合熔剂熔融分解,盐酸浸取,在 20% 的盐酸溶液中,以苦杏仁酸溶液沉淀锆(含铪),在 1000℃ 下灼烧成二氧化锆(含二氧化铪),称量。

4.3.1.2 试剂及溶液

- a) 混合熔剂:硼砂 + 碳酸钠 = 2 + 1;
- b) 盐酸;
- c) 盐酸:1 + 9;
- d) 20% 苦杏仁酸溶液:称取苦杏仁酸 20g,溶于 100ml 水中,过滤后备用;
- e) 2% 苦杏仁酸洗涤液:称苦杏仁酸 2g,溶于 100ml(2 + 98)的盐酸中。

4.3.1.3 试验步骤

先将 2.0g 混合熔剂置于铂坩锅中,在煤气火头上熔融,使其均匀地附在铂坩锅底部,准确称取 0.20g 试样置于其上,盖上 3.0g 混合熔剂,于煤气火头上逐渐升温熔融至清彻,冷却,把铂坩锅移入盛有 100ml(1 + 9)盐酸的 400ml 烧杯中,加热溶解内熔融物,待全部溶解后,把铂坩锅用(1 + 9)盐酸洗净后取出。视溶液体积补加盐酸,使 100ml 溶液中含盐酸 20ml,控制体积在 150ml 以内,加苦杏仁酸溶液 25ml,置于 80℃ ~ 85℃ 水浴上,边搅拌边保温 5min,然后继续保温 30min,放置过夜。

用慢速定量滤纸过滤,以苦杏仁酸洗涤液洗沉淀 10 次,用少许滤纸擦玻棒及烧杯内壁,滤纸及沉淀一同放在已恒重的铂坩锅内,干燥灰化后于 1000℃ 高温炉内灼烧 30min 取出,在干燥器中放冷,称至恒量。

4.3.1.4 结果的说明

二氧化锆(含二氧化铪)的百分含量,按式(1)计算:

$$\text{ZrO}_2(\text{含 HfO}_2) = \frac{W_2 - W_1}{W} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中: W_1 ——空坩锅量, g;

W_2 ——空坩锅与沉淀量, g;

W ——样品量, g。

4.3.2 二氧化硅的测定

4.3.2.1 重量法(仲裁法)

4.3.2.1.1 方法要点

试样以混合熔剂熔融分解,盐酸浸取脱水,甲醇处理,经过滤、干燥、灰化并灼烧恒重后,称出试样中二氧化硅之量。

4.3.2.1.2 试剂及溶液

- a) 混合熔剂:硼砂 + 碳酸钠 = 2 + 1;
- b) 盐酸;
- c) 盐酸(1 + 49);
- d) 硫酸(1 + 1);
- e) 氢氟酸;

f) 甲醇。

4.3.2.1.3 试验步骤

先于铂皿(或坩锅)内熔化 2.0 混合熔剂,使其均匀地附着于铂皿底部,准确称取 0.30g 试样于其内,摊平,盖上 4.0g 混合熔剂。在煤气火头上小心加热熔融,至清沏后移入 1000℃ 恒温的高温炉中,保持 15min,取出,轻轻旋转铂皿,使熔融物均匀地覆在皿底的下部,冷却后,加盐酸 10ml,热水 30ml,水浴加热浸取,不断搅拌、捣碎熔块,以帮助溶解。当熔块松软后,补加盐酸 25ml,在砂浴上加热,浓缩至约 20ml,冷却,加甲醇 15ml,盐酸 5ml,水浴上蒸发近干,再加甲醇 15ml,盐酸 5ml,水浴上蒸发近干。冷却,用盐酸润湿残渣后,在砂浴上蒸发近干,用平头玻棒压碎盐块,继续蒸发至干。

冷却后,滴加盐酸润湿残渣,加入 60ml 热水,在水浴上溶解可溶性盐类。完全溶解后,趁热用慢速定量滤纸过滤,用盐酸(1+49)洗涤沉淀 3 次~5 次,再用热水洗 3 次~5 次。

将残渣滤纸放入铂坩锅内,滴二滴(1+1)硫酸,干燥,灰化后,于 1000℃ 恒温的高温炉内灼烧 30min,于干燥器中放冷后称量。

残留物用水润湿,加氢氟酸 15ml,硫酸(1+1)二滴,在砂浴上加热蒸干后,再于 1000℃ 下灼烧 5min,于干燥器中放冷称量。

在铂坩锅内加入(1+1)盐酸 10ml,低温加热溶解残留物(用 1g~2g 焦硫酸钾熔融处理)冷却后,并入前述滤液(200ml 烧杯)之中,可供测定二氧化锆、三氧化二铝、三氧化二铁、二氧化钛、三氧化二铁、氧化钙、氧化镁之用。

4.3.2.1.4 结果的说明

二氧化硅的百分含量,按式(2)计算:

$$\text{SiO}_2 = \frac{W_1 - W_2}{W} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中: W_1 ——氢氟酸处理之前,铂坩锅与沉淀量, g;

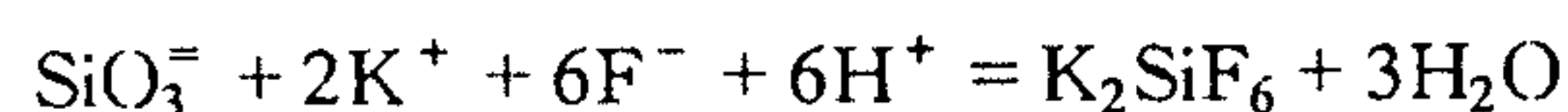
W_2 ——氢氟处理之后,铂坩锅与残留物量, g;

W ——试样量, g。

4.3.2.2 氟硅酸钾容量法

4.3.2.2.1 方法要点

在硝酸介质中,可溶性硅酸与钾离子及氟离子作用,生成氟硅酸钾。其反应式如下:



氟硅酸钾在水解时可以定量地释放出氟化氢,借此用氢氧化钠标准溶液滴定来确定二氧化硅的含量。

4.3.2.2.2 试剂及溶液

a) 氢氧化钾;

b) 过氧化钾;

c) 氯化钾;

d) 氯化钾溶液:5%;

e) 氟化钾溶液:15%;

f) 5% 氯化钾—乙醇溶液:5g 氯化钾溶解于 50ml 水及 50ml 乙醇中;

g) 盐酸(1+1);

h) 氢氧化钠标准溶液:0.1mol/l;

i) 酚酞指示剂溶液:1%乙醇溶液;

j) 硝酸。

4.3.2.2.3 试验步骤

准确称取 0.1g 试样于镍坩埚中,加入 1.5g 氢氧化钾,0.5g 过氧化钾,盖上坩埚盖,稍留空隙,于低温电炉上熔融约 10min~15min,再于煤气火头上熔融至暗红色,注意轻轻摇动坩埚,保持 4min~5min,旋转坩埚使熔融物均匀地附着在坩埚内壁。

冷却后,小心用热水分数次浸取熔块,并移入 300ml 塑料烧杯中,至熔块彻底转移到塑料烧杯中为止,白塑料烧杯中缓缓加入 15ml 硝酸,溶解熔块,用(1+1)盐酸洗涤坩埚 2 次~3 次,控制液量在 40ml 左右,冷却至 15℃ 以下。

边搅拌,边加入氯化钾,使成过饱和,加 10ml 氟化钾溶液,并用塑料棒搅拌,用少许氯化钾溶液冲洗杯内壁,并保持杯底有少许不溶的氯化钾,静置 3min,迅速用塑料漏斗,快速定性滤纸过滤,待杯中沉淀转移到漏斗上后,以氯化钾溶液(5%)冲洗杯内壁及沉淀 2 次~3 次,再洗滤纸一次。

把沉淀及滤纸移入原塑料杯中,加入 10ml 氯化钾—乙醇溶液,加 3 滴~4 滴酚酞指示剂,用氢氧化钠标准溶液中和残酸到出现微红色不退,不计读数。

加入 100ml 中和过的沸水,使沉淀水解,边搅拌边在沸水浴上加热 3min~5min。取下,加 3 滴~4 滴酚酞指示剂,立即用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液呈微红色不退即为终点。

4.3.2.2.4 结果的说明

二氧化硅的百分含量,按式(3)计算:

$$\text{SiO}_2 = \frac{M \times V \times 0.01502}{W} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中: M —氢氧化钠标准溶液的浓度, mol/l;

V ——水解后,滴定消耗氢氧化钠标准溶液体积, ml;

W ——试样量, g。

0.01502——二氧化硅的毫摩尔数

4.3.3 三氧化二铝的测定(铬天青 S 分光光度法)

4.3.3.1 方法提要

试样用氢氧化钠分解,在聚四氟乙烯烧杯中,用水浸取出来,过滤分离除去锆、钛、铁、钽和稀土等干扰元素。在 $\text{PH}5.8 \pm 0.4$ 的硝酸溶液中,用六次甲基四胺为缓冲液,铝与铬天青 S 形成紫红色络合物,在分光光度计上于波长为 550nm 处测量其吸光度。

4.3.3.2 试剂和仪器

a) 氢氧化钠;

b) 硝酸:(1+1),(1+19);

c) 盐酸:(1+1);

d) 氨水:(1+19);

e) 抗坏血酸溶液:10g/l(用时配制);

f) 六次甲基四胺溶液:250g/l;

g) 2,4-二硝基酚溶液:1g/l[乙醇(1+1)配制];

h) 铬天青 S 溶液:1g/l[用时以乙醇(1+1)配制]

i) 铝标准溶液:

称取 0.1000g 纯铝(99.9%以上),置于 200ml 塑粒烧杯中,加入 10ml 10% 氢氧化钠溶液(优级纯),使铝溶解,然后以盐酸(1+1)中和至沉淀析出后,再滴加盐酸至沉淀溶解,并过量 20ml,冷却,移入 1000ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1ml 含 10 μ g 铝。

移取 10.00ml 铝标准溶液,置于 100ml 容量瓶中,补加 1ml 盐酸(1+1)后,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1ml 含 10 μ g 铝。

j) 分光光度计。

4.3.3.3 试验步骤

4.3.3.3.1 称取试样 0.1000g 置于银坩锅中,加 4g 氢氧化钠,在电炉上加热除去水分后,放入已升温至 700℃ 的马弗炉中,继续保温 45min,中间过程中摇动四次。取出冷却,放入 250ml 的聚四氟乙烯烧杯中。加 50ml 沸水浸取,用水洗出坩锅,加入数滴乙醇,在低温电炉上煮沸至冒大气泡后,持续 2min~3min,以驱尽过氧化氢。冷却,移入 100ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。倒入干燥的 100ml 塑料烧杯中,静止澄清后(最好放置过夜),用定量密滤纸干过滤。滤液用干燥的塑料烧杯承接,弃去最初流出的 10ml 滤液。

4.3.3.3.2 称取 2.0ml~5.0ml 滤液于预先盛有约 10ml 水的 50ml 比色管中(不足 5.0ml 试液时,用随同试样空白溶液补足),加二滴 2,4-二硝基酚溶液,用硝酸(1+1)中和至黄色消失,再用氨水中和至黄色刚好出现,再滴加硝酸(1+19)至黄色消失,并过量 2ml 硝酸(1+19),加 5ml 抗坏血酸溶液,2.0ml 铬天青 S 溶液,3ml 六次甲基四胺溶液,用水稀释至刻度,混匀。

4.3.3.3.3 放置 15min 后,将部分溶液移入 0.5cm 比色皿中,以随同试样空白为参比,在分光光度计上于波长 550nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铝含量。

4.3.3.3.4 标准工作曲线的绘制:

a) 称取 0.00, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00ml 铝标准溶液,分别置于一系列的 50ml 比色管中,加入约 10ml 水,二滴 2,4-二硝基酚溶液,用氨水中和至黄色刚好出现,再滴加硝酸(1+19)至黄色消失,并过量 2ml 硝酸(1+19),以下分别按 4.3.3.3 条进行显色。

b) 放置 15min 后,将部分溶液移入 0.5cm 比色皿中,以试剂空白溶液为参比,在分光光度计上于波长为 550nm 处测量其吸光度,以铝量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.3.3.4 结果的说明

三氧化二铝的百分含量,按式(4)计算。

$$Al_2O_3 = \frac{W_1 \times V \times 1.8894}{W \times V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中: W_1 ——从标准工作曲线上查得的铝量, g;

V ——试液的总体积, ml;

V_1 ——分取试液体积, ml;

W ——试样量, g;

1.8894——铝换算为三氧化二铝的系数。

4.3.4 氧化钙、氧化镁、三氧化二铁及三氧化二铝的原子吸收分光光度测定法

4.3.4.1 方法要点

试样经混合熔剂分解后,浸取并溶解在盐酸溶液中,分析测定钙、镁、铁、铝的原子吸光度,分别测定各氧化物的百分含量。

4.3.4.2 试剂及溶液

a) 盐酸(1+1);

b) 混合溶剂:硼酸 + 碳酸锂 = 2 + 1;

c) 氯化镧溶液: La^{3+} 20mg/ml;

称取氯化镧 ($\text{LaCl}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 26.7g 于 200ml 烧杯中, 加 40ml (1 + 1) 盐酸溶解, 转移到 500ml 容量瓶中, 用水稀释至刻度;

d) 氧化钙标准溶液: 0.1mg/ml;

e) 氧化镁标准溶液: 0.1mg/ml;

f) 三氧化二铁标准溶液: 0.1mg/ml;

g) 三氧化二铝标准溶液: 1.0mg/ml。

4.3.4.3 仪器及测试条件

a) 原子吸收分光光度计;

b) 空芯阴极灯;

c) 测试条件: 见表 3。

表 3

测定 元素	分析线 nm	燃烧器长度 cm	燃烧器高度 mm	火焰种类	流 量 L/min	
					助烧气	燃气
Ca	422.7	10	8	$\text{AIR} - \text{C}_2\text{H}_2$	10	2.5
Mg	285.2	10	5	$\text{AIR} - \text{C}_2\text{H}_2$	10	2.5
Fe	248.3	10	4	$\text{AIR} - \text{C}_2\text{H}_2$	10	2.5
Al	309.3	5	4	$\text{N}_2\text{O} - \text{C}_2\text{H}_2$	7	7

4.3.4.4 试验步骤

4.3.4.4.1 先于铂皿内熔化 2.0g 混合熔剂, 使其均匀地附着于皿之底部, 准确称取 0.5g 试样于铂皿内, 振匀摊平, 盖上 4.0g 混合熔剂后, 在煤气火头上小心加热熔融, 至清沏后, 移入高温炉内, 在 1000℃ 下保温 15min, 取出, 轻轻旋转铂皿使熔体均匀地覆在皿底部成一薄层。

冷却后, 加盐酸 40ml, 热水 30ml 浸溶, 澄清后移入 100ml 容量瓶内, 加氯化镧溶液 5ml, 以水稀释至刻度。随同做试剂空白。

注: 也可把 4.3.2(重量法)测定硅后的滤液, 蒸发浓缩至 80ml, 冷却后移入 100ml 容量瓶中, 加氯化镧溶液 5ml, 以水稀释至刻度。

4.3.4.3 表 3 所列的测试条件与试样空白同时测定原子吸光度。

4.3.4.4.2 标准工作曲线的绘制

按表 4 配制混合标准溶液, 分别置于 100ml 容量瓶中。按照表 3 中给出的测试条件, 测定混合标准系列溶液中各被测元素的原子吸光度, 并绘制标准工作曲线。

4.3.4.4.3 混合标准溶液系列配制

混合标准溶液系列的配制, 见表 4

表 4

加入量 ml 溶液	标准溶液序号 1	2	3	4	5
氧化钙标准溶液	0	2	4	6	8
氧化镁标准溶液	0	2	4	6	8
三氧化二铁标准溶液	0	2	4	6	8
三氧化二铝标准溶液	0	1	3	5	7
氯化钨溶液	5	5	5	5	5
盐酸(1+1)	15	15	15	15	15

4.3.4.5 结果的说明

根据溶液的各元素的吸光度,从标准工作曲线上查出其相应氧化物的浓度。各氧化物的百分含量按式(5)计算。

$$RO = \frac{100ei}{100 \times W} \times 100 \% \cdots \cdots (5)$$

式中:ei——从标准工作曲线上查出的各氧化物浓度,mg/ml;

W——试样量,g;

RO——代表氧化钙、氧化镁、三氧化二铁及三氧化二铝。

4.3.5 二氧化钛的分析

4.3.5.1 方法要点

试样经混合溶剂分解,用盐酸溶解后,用二安替比林甲烷分光光度法测定钛。

4.3.5.2 试剂及溶液

- a) 盐酸(1+1);
- b) 混合溶剂:硼砂+碳酸钠+碳酸钾=2+1+1;
- c) EDTA 溶液:0.04mol;
- d) 抗坏血酸溶液:5%(用时配制);
- e) 二氧化钛标准贮备溶液:0.2mg/ml;

称取基准二氧化钛 0.2000g 于铂坩锅内,加焦硫酸钾 4g,加热熔融清沏,冷却后,置于 200ml 烧杯中,加(1+10)硫酸 100ml,低温加热溶解,取出坩埚,洗净,将溶液移入 1000ml 容量瓶中,用(1+1)硫酸稀释至刻度,摇匀;

- f) 二氧化钛标准溶液:10μg/ml;
准确吸取二氧化钛标准贮备溶液 10ml,于 200ml 容量瓶内,以水稀释刻度;
- g) 二安替比林甲烷溶液:1%;

称取二安替比林甲烷[C₂₃H₂₄N₄O₂]1.0g 溶解于 25ml(1+4)盐酸中,以水稀释至 100ml。

4.3.5.3 试验步骤

4.3.5.3.1 先用铂坩埚熔化2.0g混合剂,使之均匀地附在坩埚底部,准确称取试样 0.300g 置于铂坩锅中,盖上 4.0g 混合熔剂,在煤气火头上逐渐升高温度加热熔融,直到清沏,大约 10min,移入高温炉内,在 1000℃下保持 10min,取出冷却,用 30ml 盐酸及 40ml 热水浸取,待溶解清沏,移入 100ml 容量瓶中,以水稀释至刻度。

吸取上述溶液 5ml 于 50ml 容量瓶内,加(1+1)的盐酸 10ml,抗坏血酸溶液 5ml,EDTA 溶

液 5ml, 摇匀, 静置 5min, 加二安替比林甲烷溶液 15ml, 以水稀释至刻度, 摇匀, 显色后在 15min 之内, 测定其吸光度。

同时吸取试液 5ml 于 50ml 容量瓶内, 随同试样操作, 但不加二安替比林甲烷溶液, 作为试样空白, 以试样空白为对照, 用 2cm 双色皿, 于 390nm 波长处测定吸光度。

4.3.5.3.2 标准工作曲线的绘制:

吸取二氧化钛标准溶液 0, 2, 4, 6, 8, 10ml 分别于 50ml 容量瓶中, 加(1+1)盐酸 10ml, 抗坏血酸 5ml, EDTA 溶液 5ml, 摇匀, 静置 5min 后, 加二安替比林甲烷溶液 15ml, 以水稀释至刻度, 摇匀, 显色后在 15min 之内, 测定其吸光度。

以 0 号比色为参比, 用 2cm 比色皿, 于 390nm 波长处测定标准系列溶液的吸光度, 绘制标准工作曲线。

4.3.5.4 结果的说明

根据测得试样溶液的吸光度, 从标准工作曲线上查出其相应的二氧化钛的量。二氧化钛的百分含量, 按式(6)计算。

$$\text{TiO}_2 = \frac{W_1 \times 100}{W \times V \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots(6)$$

式中: W_1 ——从标准工作曲线上查到的分取部分试液中含有二氧化钛的量, mg;

V ——分取试液的体积, ml;

W ——试样量。

4.3.6 三氧化二铁的分析

4.3.6.1 方法要点

分取 4.3.5.3 中测定二氧化钛的试液, 在弱酸性介质中, 用邻—菲罗林分光光度法测定铁。

4.3.6.2 试剂及溶液

- a) 乙酸铵溶液: 20%;
- b) EDTA 溶液: 0.1mol;
- c) 抗坏血酸溶液: 5%(用时配制);
- d) 邻菲罗林溶液: 0.1%(用 20%乙醇溶液配制);
- e) 三氧化二铁标准溶液: 10 μ g/ml;

准确称取硫酸铁铵 0.600g 于 200ml 烧杯中, 用硫酸(5+95)50ml 溶解后, 移入 1000ml 容量瓶中, 以水稀释至刻度。此为标准贮备溶液。准确吸取标准贮备溶液 10ml 于 100ml 容量瓶中, 以水稀释至刻度。

4.3.6.3 试验步骤

4.3.6.3.1 将 4.3.2(重量法)测定二氧化硅的滤液, 蒸发浓缩到约 80ml, 冷却后移到 100ml 容量瓶内, 以水稀释至刻度。吸取其中 20ml~40ml 于 100ml 容量瓶中(注 1), 加入 EDTA 溶液 5ml, 摇匀。加抗坏血酸溶液 2ml, 邻—菲罗林溶液 10ml, 乙酸铵溶液 20ml, 以水稀释至刻度摇匀, 放置 30min。

吸取其中部分溶液, 于 1cm 比色皿中, 以试样空白(见注 2)为参照, 在分光光度计上于 510nm 波长处测定吸光度。

注: 1 亦可吸取 4.3.5.3.1 用于测定二氧化钛的剩余溶液 30ml~40ml, 于 100ml 容量瓶中, 按上述相同的步骤操作进行。

2 吸取同量试液,按试样相同步骤操作,加邻一菲罗林溶液。作为试样空白。

4.3.6.3.2 标准工作曲线的绘制

吸取三氧化二铁标准溶液为 0, 5, 10, 15, 20, 25, 30ml 分别于 100ml 容量瓶中,以下按 4.3.6.3.1 进行,以 0 号比色液为参比,测定标准系列溶液的吸光度。

根据测得的标准系列溶液的吸光度,绘制三氧化二铁含量和相应吸光度的关系线,作为标准工作曲线。

4.3.6.4 结果的说明

根据测得的三氧化二铁的吸光度,从标准工作曲线上查出相应三氧化二铁的量。三氧化二铁的百分含量,按式(7)计算。

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{W_1 \times 100}{W \times V \times 1000} \times 100\% \dots\dots\dots(7)$$

式中: W_1 ——从标准工作曲线上查得分取部分试液中含有三氧化二铁的量,mg;

V ——分取部分试液的体积,ml;

W ——试样量,g。

4.3.7 三氧化二铬(全铬)的分析(二苯基碳酰二肼分光光度法)

4.3.7.1 方法要点

试样用过氧化钠碱熔分解,水浸取,过滤分离除去基体锆钨及铁等干扰元素。在硫酸介质中,铬(VI)与二苯基碳酰二肼反应生成可溶性红紫色络合物,在分光光度计上于波长为 545nm 处测量其吸光度。

4.3.7.2 试剂和仪器

- a) 过氧化钠;
- b) 硫酸:(1+1);
- c) 甲基橙溶液:0.2%;
- d) 高锰酸钾溶液:3%(贮于棕色瓶中);
- e) 亚硝酸钠溶液:10%;
- f) 尿素溶液:10%(用时配制);
- g) 二苯基碳酰二肼溶液:0.25%(使用时用丙酮配制)
- h) 铬标准溶液:

称取 0.2829g 重铬酸钾(基准试剂,150℃烘干 1h)于 150ml 烧杯中,用水溶解后,移入 1000ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1ml 含 100μg 铬。吸取 10ml 上述溶液于 100ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1ml 含 10μg 铬;

- i) 分光光度计

4.3.7.3 试验步骤

4.3.7.3.1 称取 0.2000g~0.5000g 试样置于高铝坩埚中,加入 4g~6g 过氧化钠,混匀,在电炉上烤至黄色放入 600℃ 马弗炉中,保温 45min,中间过程中摇动 3 次~4 次。取出冷却,放入 200ml 烧杯中,加 50ml 沸水浸取,用水洗出坩埚,加入数滴无水乙醇,在低温电炉上煮沸至冒大气泡后,持续 2min~3min,以破坏过氧化氢。取下,流水冷却至室温,移入 100ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。移入 100ml 干燥的烧杯中,静止澄清后,用定量密滤纸干过滤。

4.3.7.3.2 吸取 50.00ml 滤液(含铬在 4μg 以下)于 100ml 烧杯中,加二滴甲基橙溶液,用硫酸中和至红色,再加 1.0ml 硫酸。加三滴高锰酸钾,于低温电炉上微沸 5min,若煮沸过程中高猛

酸钾红色退去,应补加高锰酸钾,保持稳定红色。取下,流水冷却至室温,加入 5ml 尿素,滴加亚硝酸钠至红色消失,用玻璃棒剧烈搅拌至使过量的亚硝酸钠与尿素生的气泡几乎赶尽,加 3.5ml 二苯基碳酰二肼,再搅拌至几乎无气泡发生,移入 100ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.3.7.3.3 将部分溶液移入 5cm 比色皿中,以随同试样所做空白为参比,在分光光度计上于波长为 545nm 处测量其吸光度。

4.3.7.3.4 标准工作曲线的绘制

a) 取含 0.0, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0 μ g 的铬标准溶液分别置于一组 100ml 烧杯中,加 1.0ml 硫酸,用水稀释至约 30ml 体积,加 2 滴高锰酸钾,5ml 尿素,1 滴~2 滴亚硝酸钠,用玻璃棒剧烈搅拌至过量亚硝酸钠与尿素生成的气泡几乎除尽,用水稀释至约 60ml。加 3.5ml 二苯基碳酰二肼,再搅拌至几乎无气泡发生,移入 100ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

b) 将部分溶液移入 5cm 比色皿中,以试剂空白为参比,在分光光度计上于波长为 545nm 处测量其吸光度。以铬量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制标准工作曲线。

4.3.7.4 结果的说明

根据测得试样溶液的吸光度,从标准工作曲线上查得相应的铬的量。三氧化二铬的百分含量,按式(8)计算。

$$\text{Cr}_2\text{O}_3 = \frac{W_1 \times V \times 1.4615}{W \times V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中: W ——从标准工作曲线上查得的铬量, g;

V ——试液总体积, ml;

V_1 ——分取试液体积, ml;

W ——试样量, g;

1.4615——铬换算为三氧化二铬的系数。

5 检验规则

5.1 检验分类

本标准规定锆英石粉产品进行交收检验。必要时,需方可进行复验。

5.2 交收检验

生产单位应按本标准规定的要求和检验方法对产品进行检验。在每批产品中应附有化验单及质量证明书。证明书上应注明生产单位,产品名称,批号,批量,生产日期及本标准号。

5.3 需方复验

使用单位应在收到产品之日起一个月内,按本标准之规定对每批产品进行复验。

5.4 检验批与抽样规则

由一个工艺周期生产的锆英石粉为一批。从每批中随机抽取 5% 个包装单位,最少取样量不得少于五个包装单位,每个包装中取样量应不少于 0.1kg,混合均匀后,按四分法缩分,取其中的 0.5kg 两份,用双层塑料袋封装好,塑料袋内封入标签,并注明产品名称,生产单位,批号,生产日期及批量。一份送检,一份保存至少一个月,以备查验。

取样时应使用干净的不锈钢取样器进行。

5.5 判定规则

检验结果中若某项指标不符合本标准之要求时,则应重新加倍取样复验。若复验结果中

该项指标仍不符合本标准要求,则该批锆英石粉为不合格。如供需双方发生争议,应由国家认可的检验部门按本标准进行仲裁。

6 标志、包装、运输及贮存

6.1 电子玻璃用锆英石粉,内层用塑料袋,外层用编制袋包装,采用缝包机缝口,每袋为 25kg 或 50kg。如有特殊要求,由供需双方协议。

6.2 每批包装好的产品,袋上应有生产厂名称、产品名称、净重,每批应附有产品合格证,合格证上注明:生产厂名称,产品名称,批号,重量及本标准号。

6.3 电子玻璃用锆英石粉可用任何运输工具运输,运输时应注意防水和避免破损及污染,并应在干燥、清洁处保存。
