

修订二氧化锆化工行业标准编制说明

(征求意见稿)

一、工作简况

(一) 任务来源

1、基本信息

根据工业和信息化部办公厅“工信厅科〔2023〕18号”《关于印发2023年第一批行业标准制修订和外文版项目计划的通知》的要求，2023年~2024年完成HG/T 2773-2012《二氧化锆》化工行业标准的修订工作，计划编号为2023-0199T-HG。本标准由山东广通新材料有限公司、广东东方锆业科技股份有限公司、英格瓷（浙江）锆业有限公司、江西晶安高科技股份有限公司、青岛天尧新材料有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司等单位共同起草。由全国化学标准化委员会无机化工分技术委员会负责技术归口。

2、简要情况

1) 产品概况

分子式：ZrO₂ 分子量：123.22

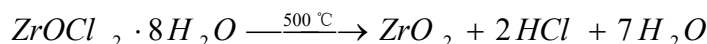
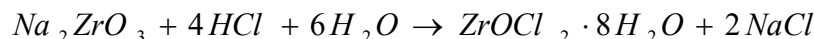
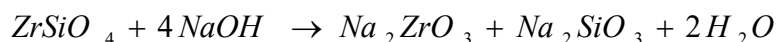
产品性质：二氧化锆为白色具有金属光泽的无定形颗粒或粉末物质，比重为5.89，熔点为2700℃，有单斜晶体、四方晶体和立方晶体等三种晶形变体。二氧化锆化学性质非常稳定，不溶于水，未经焙烧的二氧化锆可以部分溶于酸中，而经过焙烧的二氧化锆则不溶于盐酸、硝酸和稀硫酸中，加热时能溶于氢氟酸和浓硫酸中，可溶于熔融的硼砂溶剂中，高温下与强碱共熔生成相应的锆酸盐。

产品用途：二氧化锆是制取锆和锆化合物的原料，主要用于耐火材料、坩埚、陶瓷和搪瓷制品、陶瓷颜料和瓷釉、光学玻璃、电子元件、燃料电池、高温发热体、磨料、人造宝石、离子交换材料、催化剂以及锆合金和锆纤维的生产，广泛应用于轻工、化工、电子、冶金和军工等行业。

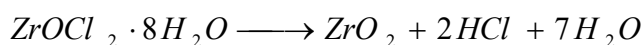
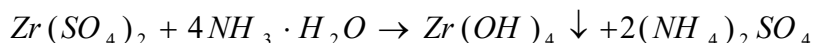
2) 生产方法

a) 化学法二氧化锆

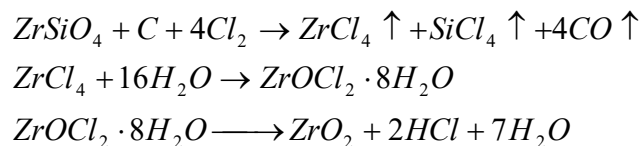
碱溶法：以锆英石（ZrSiO₄）为原料，先经过碱解、水浸、酸浸和絮凝除硅，而后浓缩结晶得到氧氯化锆，最后进行焙烧得到二氧化锆，主要反应如下：



酸化法：以硫酸锆为原料，用氨水中和，加盐酸酸化，絮凝除硅，然后浓缩、结晶和焙烧得到产品，主要反应如下：



氯化法：以锆英石为原料，和炭混合，在高温下用氯气直接氯化得四氯化锆，然后水解、浓缩、结晶和焙烧得到产品：



石灰法：以锆英石粉体为原料，和氧化钙干混灼烧，酸浸水解，而后浓缩结晶得到氧氯化锆，进行焙烧得到二氧化锆。

b) 电熔法二氧化锆

以锆英砂为原料，与石油焦按一定比例混合，投入电弧炉，经电极放电产生强烈电弧，使炉内温度达到 2500℃。硅酸锆被还原为熔融状态的氧化锆，经风冷冷却成为球状二氧化锆。



3) 目的意义

随着近年来二氧化锆制备技术的不断进步和发展，该产品的应用领域越来越广泛，已经成为了一种多用途的高性能材料。由于现行标准规定的内容与目前行业的实际生产情况产生脱节，制约了行业的发展。通过本标准的修订，使优质产品的生产有据可依，对推广先进生产技术、规范产品质量、指导企业生产、满足高端用户的使用具有十分重要的意义。通过该标准的修订可以进一步促进行业发展水平的不断提升，提高我国企业在国际市场的竞争力，推动锆盐行业良性、健康发展。

(二) 主要工作过程

1、 起草阶段（2023. 10~2024. 5）

①调查研究过程

天津院接到上级部门下达的修订《二氧化锆》化工行业标准计划后，于 2023 年 10 月~2024 年 1 月进行了调研及资料准备工作。首先查阅了国内外标准及有关技术资料，并向生产、使用单位发函进行调查，广泛征求对标准修订工作的意见，在此基础上提出了文献小结。

②起草工作组

由山东广通新材料有限公司、广东东方锆业科技股份有限公司、英格瓷（浙江）锆业有限公司、江西晶安高科技股份有限公司、青岛天尧新材料有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司等单位组成起草标准工作组。2024 年 3 月在四川省成都市召开了修订标准工作方案会，参加会议的有包括天津院在内的 3 个单位，会上各家生产单位就各自的产能、生产工艺、产品质量和用户使用情况进行了介绍。与会代表就此标准的用途、指标项目和指标参数、分析方法及检验规则、包装、贮存、运输等内容进行了深入、细致的讨论，提出了工作方案，并对各项工作任务及工作进度做了详细的安排。会后由天津院编写相应的试验验证方案，发至各生产单位进行试验验证。

③分工情况

天津院主要负责资料收集、编写文献小结、召开标准工作方案会、数据统计、编写标准各阶段草案、编制说明及相关附件等工作。其他单位主要负责试验方法验证及数据累积工作。

④验证过程

起草工作组成员针对天津院提出的试验验证方案，进行了试验验证。

对比验证数据分析及验证评价（或结论）见本编制说明第四章。

2、 标准征求意见阶段（2024. 6~2024. 7）

1) 广泛征求意见

在起草阶段工作基础上，由负责起草单位对工作组讨论稿进行了进一步的讨论和修改，其后于 2024 年 6 月提出标准草案征求意见稿及编制说明，向无机化工分技术委员会的委员、生产、使用及检验机构等单位发送了电子文件征求意见稿及编制说明，并在天津院官网上（www.trici.com.cn）公开征求意见。

二、制定标准的原则和依据

1、制标原则

- 1) 积极采用国际标准和国外先进标准的原则；
- 2) 有利于促进技术进步，提高产品质量的原则；
- 3) 有利于合理利用资源，提高经济效益的原则；
- 4) 符合用户要求，保护消费者利益、促进对外贸易的原则；
- 5) 遵循科学性、先进性、统一性的原则。

2、制标依据

- 1) HG/T 2773-2012 《二氧化锆》、HG/T 4524-2013 《人造宝石用二氧化锆》（见附表 1）；
- 2) 相关国内标准试验方法（见附表 2）；
- 3) 生产厂家质量月报（见附表 3）；
- 4) 生产厂家试验验证数据（见附表 4）。

三、国内外标准概况

目前收集到了俄罗斯国家标准ГОСТ 21907—76《工业二氧化锆》(1990 年第四次修改)，本次修订参考俄罗斯标准。在原行业标准的基础上，以目前行业实际生产和使用情况为依据，对指标项目等技术内容进行修改。

四、本次修订主要技术内容修改及依据

4.1 调整分类

从本次修订标准的调研情况看，生产行业的大多数企业认为 2012 版行业标准的分类已经不适应行业的发展现状。原来的分类在用途上相互穿插已无法明确区别，因此本次修订对产品分类进行调整。二氧化锆生产工艺从最基础的生产方式上区分，可以分为化学法和电熔法，2 种方法生产的产品状态是不同的，且用途也完全无交叉，因此本次修订按生产工艺对产品分类进行调整如下：

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。

4.2 指标项目的修改

2012 版行业标准设置了锆钪含量、氧化铁含量、二氧化硅含量、氧化铝含量、二氧化钛含量、氧化钙、氧化钠含量、氧化镁含量、灼烧减量、氯化物含量及水分指标。本次修订根据下游行业需求对指标项目进行 2 方面调整：

- 1) 调研中发现目前大多数客户不再要求氧化镁含量，因此本次修订删掉该项指标。

- 2) 同时考虑灼烧减量指标中已包含水分，没必要重复设置，因此删掉水分指标。
- 本次修订重新规划了分类，根据 2 个分类产品下游行业的需求，指标项目分别设置为：
- 1) I 类化学法二氧化锆设置了锆钪含量、氧化铁含量、二氧化硅含量、氧化铝含量、二氧化钛含量、氧化钙、氧化钠含量、灼烧减量和氯化物含量。
- 2) II 类电熔法二氧化锆设置了锆钪含量、氧化铁含量、二氧化硅含量、氧化铝含量、二氧化钛含量。

4.3 指标要求的调整

本次修订对原标准的分类进行了较大调整，并根据下游客户的需求对指标要求进行修改。化学法二氧化锆指标要求与 2012 版行业标准相比基本持平。电熔法二氧化锆产品指标要求根据行业实际生产情况进行了调整，与 2012 版行业标准相比有较大提高。确定的指标要求见表 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 w/% | ≥ | 99.5 | 99.4 | 99.0 | 98.5 | 98.0 |
| 氧化铁 (Fe ₂ O ₃) w/% | ≤ | 0.005 | 0.01 | 0.02 | 0.05 | 0.10 |
| 二氧化硅 (SiO ₂) w/% | ≤ | 0.02 | 0.03 | 0.05 | 0.3 | 0.6 |
| 氧化铝 (Al ₂ O ₃) w/% | ≤ | 0.01 | 0.02 | 0.05 | 0.3 | 0.6 |
| 二氧化钛 (TiO ₂) w/% | ≤ | 0.005 | 0.01 | 0.02 | 0.20 | 0.25 |
| 氧化钙 (CaO) w/% | ≤ | 0.01 | 0.02 | 0.03 | — | — |
| 氧化钠 (Na ₂ O) w/% | ≤ | 0.01 | 0.02 | 0.05 | — | — |
| 灼烧减量 w/% | ≤ | 0.3 | 0.3 | 0.5 | — | — |
| 氯化物 (以 Cl 计) w/% | ≤ | 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。 | | | | | | |

4.4 锆钪含量测定方法的调整

目前行业上已不使用操作繁琐、重现性较差的重量法测定锆钪含量，而是使用络合滴定法测定。原标准规定络合滴定法是在盐酸体系下滴定，中间需要进行体系转换，操作步骤较为复杂。本次修订修改为直接在硫酸体系中滴定，简化了步骤，附表 4-3 给出了八平行试验数据，方法相对标准偏差为 0.05%，说明修改之后的测定方法精密度较高，符合主含量测定的要求。

对于电熔法二氧化锆产品，行业内普遍使用 X 射线荧光光谱法进行测定，在测定锆钪含量的同时，将其他杂质含量也一同测定。采用的 X 射线荧光光谱法来源于 GB/T 21114-2019 《耐火材料 X 射线荧光光谱化学分析 熔铸玻璃片法》标准，本次修订标准确定 II 类产品（即电熔法二氧化锆）直接引用 GB/T 21114-2019。

4.5 氧化铁含量、二氧化硅含量、二氧化钛含量、氧化钠含量、氧化钙含量、氧化铝含量测定方法的更改

随着 ICP-OES 仪器的普及，行业中很多企业已经配备了该检测设备，同类产品标准 HG/T 4524-2013 《人造宝石用二氧化锆》已经使用该方法测定氧化铁等杂质含量。本次修订根据行业发展的实际情况，将氧化铁含量、二氧化硅含量、二氧化钛含量、氧化钠含量、氧化钙含量、氧化铝含量原来的测定方法

（原子吸收分光光度法）更改为 ICP-OES 法，ICP-OES 法方法操作步骤来源于 HG/T 4524-2013。附表 4-3 给出了 ICP-OES 法测定的八平行试验数据，从数据看除氧化铁含量精密度较差外，其他项目的精密度均符合杂质测定的要求。铁含量有 1,10-菲啰啉分光光度法作为仲裁法，也可以满足分析要求。

4.6 氯化物含量测定方法中增加摩尔法

2012 年版行业标准氯化物含量使用的限量比色法，无法满足准确测量的需求，因此本次修定增加了银量法（即摩尔法），该方法在同类产品标准 HG/T 4524-2013 中已进行了应用，本标准的操作步骤来源于 HG/T 4524-2013。从附表 4-3 八平行数据看，该方法可以得到准确分析结果且精密度较高，满足分析要求。

五 水平分析

2012 年版行业参考俄罗斯标准 ГОСТ 21907—76《工业二氧化锆》。本次根据我国实际生产情况进行修订，对分类进行了调整：根据用户要求设置了 2 类产品的指标要求，电熔法二氧化锆产品的指标较原标准有适当提高；2 类产品指标值均优于或等同于国外标准。对分析方法进行了适当调整，更加适应行业实际情况。

综上所述，本标准达到国际先进水平。

附表 1:

国 内 外 标 准 指 标 对 比 表

| 指 标 | ГОСТ 21907—76 | | | HG/T 2773—2012 | | | | | | 本次修订标准 | | | | |
|---|---------------|------|-------|---|-------|-------|------|------|------|---|------|------|------|------|
| | | | | I 类 | II 类 | III类 | | | | | | | | |
| | | | | | | I 型 | | II 型 | | I 类 | | | II 类 | |
| | 一级 | 二级 | K | | | 优等品 | 一等品 | 一等品 | 合格品 | 优等品 | 一等品 | 合格品 | 一等品 | 合格品 |
| 锆钪含量（以 ZrO ₂ 计） w/% ≥ | 99.3 | 99 | 96.5 | 99.5 | 99.5 | 99.5 | 99.0 | 98.5 | 98.0 | 99.5 | 99.4 | 99.0 | 98.5 | 98.0 |
| 氧化铁（Fe ₂ O ₃ ） w/% ≤ | 0.05 | 0.1 | 0.08 | 0.01 | 0.005 | 0.02 | 0.05 | 0.10 | 0.10 | 0.005 | 0.01 | 0.02 | 0.05 | 0.10 |
| 二氧化硅（SiO ₂ ） w/% ≤ | 0.2 | 0.3 | 0.6 | 0.02 | — | 0.05 | 0.10 | 0.8 | 1.2 | 0.02 | 0.03 | 0.05 | 0.3 | 0.6 |
| 氧化铝（Al ₂ O ₃ ） w/% ≤ | 0.03 | 0.05 | — | 0.01 | — | 0.001 | — | 0.8 | 0.8 | 0.01 | 0.02 | 0.05 | 0.3 | 0.6 |
| 二氧化钛（TiO ₂ ） w/% ≤ | 0.1 | 0.2 | 1-1.5 | 0.01 | 0.005 | 0.10 | — | 0.22 | 0.25 | 0.005 | 0.01 | 0.02 | 0.20 | 0.25 |
| 氧化钙（CaO） w/% ≤ | 0.03 | 0.05 | 0.3 | — | — | 0.03 | 0.05 | — | — | 0.01 | 0.02 | 0.03 | — | — |
| 氧化钠（Na ₂ O） w/% ≤ | 0.02 | 0.05 | — | 0.01 | — | 0.02 | 0.05 | — | — | 0.01 | 0.02 | 0.05 | — | — |
| 灼烧减量 w/% ≤ | 0.5 | 0.5 | 0.5 | 0.40 | 0.30 | 0.50 | 0.50 | — | — | 0.3 | 0.3 | 0.5 | — | — |
| 氯化物（以 Cl 计） | 0.18 | 0.25 | 0.3 | 0.10 | — | — | — | — | — | 0.1 | 0.1 | 0.1 | — | — |
| 水分 w/% ≤ | — | — | — | 0.10 | 0.30 | — | — | — | — | — | — | — | — | — |
| 氧化镁（MgO） w/% ≤ | 0.02 | 0.03 | 0.2 | — | — | — | — | — | — | — | — | — | — | — |
| 五氧化二磷（P ₂ O ₅ ） w/% ≤ | 0.15 | 0.20 | — | — | — | — | — | — | — | — | — | — | — | — |
| 筛余物 0315# | 0.5 | 0.5 | 40 | | | | | | | | | | | |
| 056# | 无 | 无 | — | — | — | — | — | — | — | — | — | — | — | — |
| 08# | — | — | 18 | | | | | | | | | | | |
| | | | | 中值粒径（D ₅₀ ）、堆积密度、比表面积在用户有要求时按本标准方法测定，其指标应符合用户要求。 | | | | | | 氧化镁含量、中值粒径（D ₅₀ ）、堆积密度、比表面积在用户有要求时按本标准方法测定，其指标应符合用户要求。 | | | | |

附表 2

国内外标准试验方法对比表

| 指标 | ГОСТ 21907-76 | YS 系列标准 | HG/T 2773—2012 | 本次修订标准 |
|-------------------|---------------|-------------------------|-----------------------------------|--|
| 外观 | 目视 | — | 目视法 | 目视法 |
| 铅钨含量 | 差减法 | 苦杏仁酸重量法 | 苦杏仁酸重量法和 EDTA 络合滴定法并列 | EDTA 络合滴定法 (I 类产品) X 射线荧光光谱法 (II 类产品) |
| 氧化铁含量 | 发射光谱法 | 磺基水杨酸分光光度法 | 邻菲罗啉分光光度法和原子吸收分光光度法并列 | 邻菲罗啉分光光度法、ICP-OES 法 |
| 二氧化硅含量 | 发射光谱法 | 硅钼蓝分光光度法 | 硅钼蓝分光光度法 (YS/T 568.3—2008) | 硅钼蓝分光光度法、ICP-OES 法 |
| 氧化铝含量 | 发射光谱法 | 铬天青 S 分光光度法 | 铬天青 S 分光光度法 (YS/T 568.4—2008) | 铬天青 S 分光光度法、ICP-OES 法 |
| 二氧化钛含量 | 发射光谱法 | 二安替吡啉甲烷分光光度法 | 二安替吡啉甲烷分光光度法 (YS/T 568.6—2008) | 二安替吡啉甲烷分光光度法、 ICP-OES 法 |
| 氧化钙含量 | 发射光谱法 | 电感耦合等离子体质谱法、电感耦合等离子体质谱法 | 原子吸收分光光度法 | ICP-OES 法 |
| 氧化镁含量 | 发射光谱法 | | | |
| 氧化钠含量 | 火焰分光光度法 | | | |
| 灼烧减量 | 1000℃~1100℃灼烧 | — | 900℃±20℃灼烧 | 900℃±20℃灼烧 |
| 氯化物 | — | — | 硝酸银目视比浊法 | 莫尔法、硝酸银目视比浊法 |
| 中值粒径 (D_{50}) | — | — | 激光粒度测定仪 | 激光粒度测定仪 |
| 堆积密度 | — | — | 堆积密度仪法 | 堆积密度仪法 |
| 比表面积 | — | — | BET 法 | BET 法 |
| 水分 | — | — | 重量法 | — |
| 五氧化二磷含量 | 抗坏血酸-磷钼蓝分光光度法 | 铈盐-抗坏血酸-磷钼蓝分光光度法 | — | — |
| 硫含量 | 燃烧吸收-氧化还原滴定法 | — | — | — |
| 筛余物 | 筛余法 | — | — | — |

附表3 生产厂质量月报

英格瓷（浙江）锆业有限公司《二氧化锆》产品近两年质量月报

| 日期 | 锆钪含量 % [以 (ZrO ₂) 计] | 氧化铁% | 二氧化硅% | 氧化钠% | 二氧化钛% | 氯化物% | 氧化铝% | 灼烧减量% | 水分% |
|---------|-------------------------------------|--------|--------|--------|--------|---------|--------|-------|------|
| 2022.1 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 |
| 2022.2 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 |
| 2022.3 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 |
| 2022.4 | 99.77 | 0.0018 | 0.0068 | 0.0014 | 0.002 | 0.0249 | <0.003 | 0.23 | 0.08 |
| 2022.5 | 99.77 | 0.0013 | 0.0073 | 0.0014 | 0.002 | 0.0336 | <0.003 | 0.23 | 0.07 |
| 2022.6 | 99.81 | 0.0013 | 0.0075 | 0.001 | 0.0019 | 0.0228 | <0.003 | 0.19 | 0.07 |
| 2022.7 | 99.73 | 0.0014 | 0.0066 | 0.001 | 0.002 | 0.0392 | <0.003 | 0.26 | 0.08 |
| 2022.8 | 99.84 | 0.0013 | 0.0065 | 0.0011 | 0.002 | 0.0115 | <0.003 | 0.17 | 0.08 |
| 2022.9 | 99.83 | 0.0013 | 0.0074 | 0.001 | 0.002 | 0.01115 | <0.003 | 0.17 | 0.08 |
| 2022.10 | 99.79 | 0.0013 | 0.0072 | 0.001 | 0.002 | 0.0236 | <0.003 | 0.21 | 0.08 |
| 2022.11 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 |
| 2022.12 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 |
| 2023.1 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 |
| 2023.2 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 |
| 2023.3 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 |
| 2023.4 | 99.83 | 0.0013 | 0.0074 | 0.0015 | 0.002 | 0.0129 | <0.003 | 0.17 | 0.07 |
| 2023.5 | 99.74 | 0.0013 | 0.0073 | 0.001 | 0.0021 | 0.0513 | <0.003 | 0.18 | 0.08 |
| 2023.6 | 99.80 | 0.0016 | 0.0074 | 0.0013 | 0.002 | 0.023 | <0.003 | 0.20 | 0.08 |
| 2023.7 | 99.82 | 0.0013 | 0.0075 | 0.001 | 0.002 | 0.014 | <0.003 | 0.18 | 0.08 |
| 2023.8 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 |
| 2023.9 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 |
| 2023.10 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 |
| 2023.11 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 | 未生产 |

山东广通新材料有限公司《二氧化锆》产品近两年质量月报

| 日期 | 锆铪含量 % | 氧化铁% | 二氧化硅% | 氧化铝% | 二氧化钛% | 氧化钙% | 氧化镁% | 氧化钠% | 氯化物% | 灼烧减量% |
|---------|-----------|--------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------|
| 2022.1 | 99.55 | 0.0016 | 0.018 | | 0.0018 | | | 0.0035 | | 0.08 |
| 2022.2 | 99.56 | 0.0019 | 0.019 | | 0.0018 | | | 0.0023 | 0.0469 | 0.10 |
| 2022.3 | 99.53 | 0.0017 | 0.019 | | 0.0017 | | | 0.0028 | 0.0173 | 0.09 |
| 2022.4 | 99.52 | 0.0016 | 0.018 | | 0.0016 | | | 0.0030 | | 0.09 |
| 2022.5 | 99.55 | 0.0017 | 0.015 | | 0.0015 | 0.0036 | 0.0018 | 0.0042 | | 0.10 |
| 2022.6 | 99.55 | 0.0018 | 0.018 | | 0.0015 | | | 0.0038 | | 0.11 |
| 2022.7 | 99.56 | 0.0018 | 0.014 | | 0.0014 | 0.0030 | 0.0022 | 0.0022 | | 0.12 |
| 2022.8 | 99.57 | 0.0018 | 0.016 | | 0.0015 | | | 0.0035 | | 0.12 |
| 2022.9 | 99.57 | 0.0016 | 0.015 | | 0.0014 | | | 0.0036 | | 0.10 |
| 2022.10 | 99.56 | 0.0016 | 0.014 | | 0.0013 | | | 0.0038 | | 0.13 |
| 2022.11 | 99.53 | 0.0013 | 0.014 | | 0.0011 | | | 0.0049 | | 0.12 |
| 2022.12 | 99.53 | 0.0012 | 0.014 | | 0.0011 | 0.0024 | 0.0018 | 0.0026 | | 0.09 |
| 2023.1 | 99.55 | 0.0012 | 0.014 | | 0.0011 | | | 0.0033 | | 0.10 |
| 2023.2 | 99.55 | 0.0012 | 0.013 | | 0.0011 | 0.0026 | 0.0007 | 0.0027 | | 0.10 |
| 2023.3 | 99.53 | 0.0014 | 0.013 | 0.0023 | 0.0011 | 0.0029 | 0.0009 | 0.0025 | | 0.09 |
| 2023.4 | 99.53 | 0.0017 | 0.013 | 0.0020 | 0.0011 | 0.0025 | 0.0010 | 0.0039 | | 0.10 |
| 2023.5 | 99.55 | 0.0014 | 0.013 | 0.0021 | 0.0013 | 0.0029 | 0.0014 | 0.0048 | | 0.09 |
| 2023.6 | 99.56 | 0.0016 | 0.013 | 0.0016 | 0.0011 | 0.0029 | 0.0014 | 0.0025 | | 0.10 |
| 2023.7 | 99.59 | 0.0015 | 0.014 | 0.0015 | 0.0012 | 0.0026 | 0.0007 | 0.0024 | | 0.09 |
| 2023.8 | 99.59 | 0.0013 | 0.013 | 0.0016 | 0.0011 | | | 0.0030 | | 0.09 |
| 2023.9 | 99.59 | 0.0013 | 0.014 | 0.0015 | 0.0012 | | | 0.0022 | | 0.10 |
| 2023.10 | 99.59 | 0.0014 | 0.013 | 0.0026 | 0.0013 | | | 0.0023 | | 0.10 |
| 2023.11 | 99.59 | 0.0014 | 0.013 | 0.0023 | 0.0011 | | | 0.0029 | | 0.10 |
| 2023.12 | 99.56 | 0.0013 | 0.013 | 0.0020 | 0.0011 | | | 0.0026 | 0.0379 | 0.10 |

附表 4：验证数据

附表 4-1 英格瓷（浙江）锆业有限公司二氧化锆 10 批产品验证数据

| 批号 | 锆钪含量 % [以 (ZrO ₂) 计] | 氧化铁% | 二氧化硅% | 氧化钠% | 二氧化钛% | 氯化物% | 氧化铝% | 灼烧减量% |
|-------------|-------------------------------------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------|
| 202307001 | 99.87 | 0.0015 | 0.0075 | 0.0010 | 0.0017 | 0.0096 | <0.003 | 0.13 |
| 202307002 | 99.82 | 0.0011 | 0.0075 | 0.0010 | 0.0022 | 0.0131 | <0.003 | 0.18 |
| 202307003 | 99.76 | 0.0015 | 0.0080 | 0.0010 | 0.0020 | 0.0054 | <0.003 | 0.24 |
| 202307004 | 99.82 | 0.0013 | 0.0075 | 0.0010 | 0.0020 | 0.0208 | <0.003 | 0.18 |
| 202307005 | 99.81 | 0.0013 | 0.0070 | 0.0010 | 0.0020 | 0.0067 | <0.003 | 0.19 |
| 202307006 | 99.81 | 0.0014 | 0.0080 | 0.0010 | 0.0020 | 0.0067 | <0.003 | 0.19 |
| 202307007 | 99.85 | 0.0013 | 0.0075 | 0.0010 | 0.0020 | 0.0162 | <0.003 | 0.15 |
| 202307008 | 99.85 | 0.0011 | 0.0070 | 0.0020 | 0.0020 | 0.0235 | <0.003 | 0.15 |
| 202307009 | 99.81 | 0.0013 | 0.0075 | 0.0010 | 0.0020 | 0.0083 | <0.003 | 0.19 |
| 202307010 | 99.86 | 0.0011 | 0.0080 | 0.0010 | 0.0022 | 0.0121 | <0.003 | 0.14 |
| 采用的 试验方法 | 灼烧重量法 | 化学比色法 | 化学比色法 | 火焰光度法 | 化学比色法 | 化学比色法 | 化学比色法 | 灼烧重量法 |

附表 4-2 山东广通新材料有限公司二氧化锆连续 10 批产品的累积数据

| 批号 | 锆钪含量 % | 氧化铁% | 二氧化硅% | 氧化铝% | 二氧化钛% | 氧化钙% | 氧化镁% | 氧化钠% | 氯化物% | 灼烧减量% |
|----------|--------|--------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|-------|
| 24052101 | 99.54 | 0.0014 | 0.013 | 0.0016 | 0.0009 | 0.0026 | 0.0020 | 0.0022 | 0.0406 | 0.11 |
| 24052201 | 99.52 | 0.0012 | 0.013 | 0.0011 | 0.0008 | 0.0022 | 0.0024 | 0.0025 | 0.0378 | 0.07 |
| 24052301 | 99.55 | 0.0014 | 0.014 | 0.0010 | 0.0009 | 0.0027 | 0.0020 | 0.0029 | 0.0395 | 0.10 |
| 24052401 | 99.62 | 0.0012 | 0.013 | 0.0011 | 0.0008 | 0.0028 | 0.0018 | 0.0035 | 0.0384 | 0.09 |
| 24052501 | 99.59 | 0.0012 | 0.013 | 0.0013 | 0.0008 | 0.0035 | 0.0018 | 0.0021 | 0.0365 | 0.07 |
| 24052601 | 99.57 | 0.0013 | 0.013 | 0.0013 | 0.0008 | 0.0027 | 0.0017 | 0.0034 | 0.0371 | 0.07 |
| 24052701 | 99.59 | 0.0012 | 0.013 | 0.0013 | 0.0009 | 0.0031 | 0.0018 | 0.0016 | 0.0382 | 0.08 |
| 24052801 | 99.62 | 0.0013 | 0.013 | 0.0013 | 0.0008 | 0.0024 | 0.0017 | 0.0026 | 0.0370 | 0.07 |

| 批号 | 铅铅含量 % | 氧化铁% | 二氧化硅% | 氧化铝% | 二氧化钛% | 氧化钙% | 氧化镁% | 氧化钠% | 氯化物% | 灼烧减量% |
|-------------|-----------|-----------|-------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|--------|
| 24052901 | 99.55 | 0.0012 | 0.013 | 0.0012 | 0.0008 | 0.0023 | 0.0013 | 0.0029 | 0.0394 | 0.08 |
| 24053001 | 99.58 | 0.0013 | 0.013 | 0.0011 | 0.0009 | 0.0022 | 0.0014 | 0.0026 | 0.0376 | 0.07 |
| 采用的 试验方法 | 滴定法 | ICP-OES 法 | | | | | | | 银量法 | 900℃灼烧 |

附表 4-3 山东广通新材料有限公司二氧化铅同一样品 8 次重复性试验数据

| 次数 | 铅铅含量 % | 氧化铁% | 二氧化硅% | 氧化铝% | 二氧化钛% | 氧化钙% | 氧化镁% | 氧化钠% | 氯化物% | 灼烧减量% |
|-------------|-----------|-----------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|---------|
| 1 | 99.55 | 0.0013 | 0.013 | 0.0011 | 0.0009 | 0.0022 | 0.0014 | 0.0026 | 0.0376 | 0.07 |
| 2 | 99.65 | 0.0012 | 0.012 | 0.0012 | 0.0008 | 0.0021 | 0.0015 | 0.0025 | 0.0378 | 0.08 |
| 3 | 99.58 | 0.0013 | 0.013 | 0.0011 | 0.0010 | 0.0025 | 0.0013 | 0.0025 | 0.0385 | 0.08 |
| 4 | 99.55 | 0.0010 | 0.013 | 0.0012 | 0.0009 | 0.0022 | 0.0012 | 0.0026 | 0.0370 | 0.07 |
| 5 | 99.50 | 0.0014 | 0.011 | 0.0012 | 0.0009 | 0.0022 | 0.0013 | 0.0024 | 0.0366 | 0.08 |
| 6 | 99.55 | 0.0010 | 0.012 | 0.0012 | 0.0009 | 0.0022 | 0.0014 | 0.0026 | 0.0371 | 0.07 |
| 7 | 99.52 | 0.0010 | 0.012 | 0.0010 | 0.0009 | 0.0023 | 0.0014 | 0.0023 | 0.0395 | 0.08 |
| 8 | 99.50 | 0.0011 | 0.012 | 0.0011 | 0.0009 | 0.0021 | 0.0015 | 0.0025 | 0.0374 | 0.07 |
| 平均值 | 99.55 | 0.0012 | 0.012 | 0.0011 | 0.0009 | 0.0022 | 0.0014 | 0.0025 | 0.0377 | 0.0750 |
| 标准偏差 | 0.04899 | 0.00016 | 0.00071 | 0.00007 | 0.00005 | 0.00013 | 0.00010 | 0.00011 | 0.00093 | 0.00535 |
| 相对标准 偏差 | 0.05% | 13.75% | 5.77% | 6.54% | 5.94% | 5.76% | 7.53% | 4.28% | 2.47% | 7.13% |
| 采用的 试验方法 | 滴定法 | ICP-OES 法 | | | | | | | 银量法 | 900℃灼烧 |