

ICS 71.060.50
G 12
备案号:41817—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4499—2013

工业氟化钡

Barium fluoride for industrial use

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准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。

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院、山东雄威氟材料有限公司、多氟多化工股份有限公司。

本标准主要起草人：李光明、王杏田、董新吉、李清、王中伏。

工业氟化钡

1 范围

本标准规定了工业氟化钡的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业氟化钡。主要用于制造电机电刷、光学玻璃、光导纤维、激光发生器、助熔剂、涂料和珐琅,也可用作木材防腐剂和杀虫剂,也可用于电解铝行业添加剂和金属热处理助剂。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 2008 包装储运图示标志

GB/T 3049 2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法

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

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式:BaF₂

相对分子质量:175.30(按2011年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:白色粉末。

4.2 工业氟化钡按本标准规定的试验方法检测应符合表1的技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
氟化钡(BaF ₂)(以干基计)w/%	≥ 99.0	98.0	97.0
氯化物(以Cl计)w/%	≤ 0.10	0.20	0.30
钙(Ca)w/%	≤ 0.05	0.08	0.10
铅(Pb)w/%	≤ 0.10	0.15	0.20
二氧化硅(SiO ₂)w/%	≤ 0.10	0.20	0.30
三氧化二铁(Fe ₂ O ₃)w/%	≤ 0.05	0.08	0.10
五氧化二磷(P ₂ O ₅)w/%	≤ 0.10	0.20	0.30
水分 w/%	≤ 0.10	0.15	0.20

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

5.2 一般规定

本标准所用试剂和水,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。

5.3 外观检验

在自然光下,用目视法判定外观。

5.4 氟化钡含量的测定

5.4.1 方法提要

试样用碳酸钾熔融后,用热水浸出熔融物,加入热的硫酸溶液生成硫酸钡沉淀,洗涤,过滤,低温灰化并灼烧后称量。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 碳酸钾。

5.4.2.2 碳酸钾溶液:2 g/L。

5.4.2.3 氯化钙溶液:120 g/L。

5.4.2.4 硝酸银溶液:17 g/L。

5.4.2.5 盐酸溶液:1+3。

5.4.2.6 氨水溶液:1+1。

5.4.2.7 硫酸溶液:1+9。

5.4.2.8 甲基橙指示液:1 g/L。

5.4.3 仪器、设备

5.4.3.1 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105℃±2℃。

5.4.3.2 高温炉:可控温在 600℃±25℃和 900℃±25℃。

5.4.4 分析步骤

称取约 0.5 g 已于 105℃±2℃下干燥至质量恒定的试样,精确至 0.000 2 g,置于已加入 1 g 碳酸

钾的铂坩埚中,混匀,再均匀覆盖 4 g 碳酸钾,于 $900\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中熔融 40 min。冷却后,用约 150 mL 热水将熔融物转移至 250 mL 烧杯中,加热至沸。静置 10 min,用慢速定性滤纸先将上层清液过滤,然后用热的碳酸钾溶液采用倾泻法洗涤不溶物,并将其转移到滤纸上,继续洗涤到滤液无氟为止(检验方法:取 2 mL 滤液加 2 滴盐酸溶液和 0.5 mL 氯化钙溶液,放置 10 min 后溶液应保持透明)。

漏斗上加盖表面皿,将 30 mL 盐酸溶液分 6 次滴加,每次滴加后用热水洗涤一次。滤渣完全溶解后,用热水洗涤滤纸至滤液无氯离子为止(检验方法:取 2 mL 滤液,加 0.5 mL 硝酸银溶液,5 min 后应保持透明),滤液收集在 500 mL 烧杯中。

在滤液中加入 2 滴~3 滴甲基橙指示液,用氨水溶液中和至恰呈淡黄色,加 2 mL 盐酸溶液,最后加水调整溶液体积至 400 mL,将溶液加热至沸。在搅拌下以匀速度滴加 20 mL 热硫酸溶液,控制在 2 min~2.5 min 内加完,盖上表面皿,在沸水浴上放置 3 h 或室温放置 12 h,用慢速定量滤纸过滤。沉淀以热水洗涤至滤液无氯离子为止(用硝酸银溶液检验),将沉淀同滤纸置于已灼烧至质量恒定的瓷坩埚内,低温灰化,并在高温电炉内于 $600\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定。

5.4.5 结果计算

氟化钡含量以氟化钡(BaF_2)的质量分数 w_1 计,按公式(1)计算

$$w_1 = \frac{m_1 \times 0.7514}{m} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

m_1 灼烧后沉淀质量的数值,单位为克(g);

m 试料质量的数值,单位为克(g);

0.7514 硫酸钡换算为氟化钡的数值。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

5.5 氯化物含量的测定

5.5.1 方法提要

在微酸性溶液中,强电离的硝酸汞标准溶液将氯离子转化成弱电离的氯化汞,二苯基偶氮碳酰肼与过量的 Hg^{2+} 生成紫红色络合物指示终点。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 硝酸溶液:1 mol/L。

5.5.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

5.5.2.3 硝酸汞标准滴定溶液: $c\left[\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2\right] \approx 0.005\text{ mol/L}$ 。

移取 50.0 mL 按照 HG/T 3696.1 配制的硝酸汞标准滴定溶液 $c\left[\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2\right] \approx 0.1\text{ mol/L}$ 至 1 000 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸溶液(1+1),用水稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.4 二苯基偶氮碳酰肼指示液:0.25 g/L。

5.5.2.5 溴酚蓝指示液:0.4 g/L。

5.5.3 分析步骤

称取 1.0 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 水,加热至微沸。冷却后过滤到 250 mL 锥形瓶中,用热水洗不溶物至滤液无氯离子,加 2 滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液至溶液呈黄色,再过量 5 滴,加入 1 mL 二苯基偶氮碳酰肼指示液,用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色为终点。

同时进行空白试验。空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

含汞废液参见附录 A 处理。

5.5.4 结果计算

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_2 计,按公式(2)计算:

$$w_{\text{Ca}} = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \text{..... (2)}$$

式中:

- V 滴定试液消耗硝酸汞标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 V_0 滴定空白溶液消耗硝酸汞标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
 c 硝酸汞标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
 m 试料质量的数值,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,平行测定结果的绝对差值不大于 0.005 %。

5.6 钙含量的测定

5.6.1 方法提要

试料用高氯酸赶氟,加热至高氯酸烟冒尽,用盐酸和水溶解,在氯化镧存在下,于原子吸收分光光度计在波长 422.7 nm 处,进行钙含量的测定。

5.6.2 试剂和材料

- 5.6.2.1 高氯酸:优级纯。
 5.6.2.2 盐酸溶液:1+1。
 5.6.2.3 氯化镧溶液:200 g/L。
 5.6.2.4 钙标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)0.010 mg。

用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钙标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用前配制。

- 5.6.2.5 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

5.6.3 仪器、设备

- 5.6.3.1 原子吸收分光光度计:配有钙空心阴极灯。
 5.6.3.2 铂坩埚:50 mL。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 工作曲线的绘制

分别移取 0.00 mL(试剂空白)、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 钙标准溶液,置于一组 100 mL 容量瓶中。分别加入 1 mL 盐酸溶液和 5 mL 氯化镧溶液,以水稀释至刻度,混匀。于原子吸收分光光度计在波长 422.7 nm 处,使用空气-乙炔火焰,以水调零,分别测量工作曲线溶液的吸光度,每个工作曲线溶液的吸光度中减去试剂空白的吸光度,以钙的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.6.4.2 试验溶液的制备

称取 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于铂坩埚中,加入 10 mL 高氯酸,在电炉上低温缓慢溶解除氟,待高氯酸白烟冒尽,取下冷却至室温,加入 5 mL 盐酸溶液以及 20 mL~30 mL 热水,在低温电炉上加热至盐类全部溶解,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液为试验溶液 A,用于钙和铅的测定。

同时进行空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

5.6.4.3 测定

移取 15 mL 试验溶液 A 于 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 氯化镧溶液,以水稀释至刻度,混匀。于原子吸收分光光度计在波长 422.7 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,测量试验溶液和空白试验溶液的吸光度。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中钙的质量。

5.6.5 结果计算

钙含量以钙(Ca)的质量分数 w_{Ca} 计,按公式(3)计算:

$$w_{\text{Ca}} = \frac{m_1 - m_2}{m \times (15/100)} \times 100\% \quad \text{..... (3)}$$

式中:

m_1 从工作曲线上查得试验溶液的钙质量的数值,单位为克(g);

m_2 从工作曲线上查得空白试验溶液的钙质量的数值,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,平行测定结果的绝对差值不大于 0.01 %。

5.7 铅含量的测定

5.7.1 方法提要

试料用高氯酸赶氟,加热至高氯酸烟冒尽,用盐酸和水溶解,于原子吸收分光光度计在波长 283.3 nm 处,进行铅含量的测定。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.7.2.2 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)1 mg。

5.7.2.3 二级水:符合 GB/T 6682 2008 的规定。

5.7.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有铅空心阴极灯。

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL(试剂空白)、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 铅标准溶液于一组 100 mL 容量瓶中,分别加入 1 mL 盐酸溶液,以水稀释至刻度,摇匀。于原子吸收分光光度计在波长 283.3 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,分别测量工作曲线溶液的吸光度,每个工作曲线溶液的吸光度中减去试剂空白的吸光度,以铅的浓度为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.7.4.2 测定

于原子吸收分光光度计在波长 283.3 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,测量试验溶液 A 的吸光度。空白试验与试样同时、同样处理。从工作曲线上查出试验溶液 A 和空白试验溶液中铅的质量。

5.7.5 结果计算

铅含量以铅(Pb)的质量分数 w_1 计,按公式(4)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \% \quad (4)$$

式中:

m_1 从工作曲线上查得的试验溶液中铅质量的数值,单位为克(g);

m_2 从工作曲线上查得的空白试验溶液中铅质量的数值,单位为克(g);

m 试料(5.6.4.2)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,平行测定结果的绝对差值不大于 0.005 %。

5.8 二氧化硅含量的测定

5.8.1 方法提要

试料用碳酸钠和硼酸混合溶剂熔融,经硝酸酸化。调整 pH 在 0.85~0.90 时加入钼酸钠与硅形成黄色硅钼杂多酸。在酒石酸存在下及高酸度硫酸介质中,硅钼杂多酸经抗坏血酸还原成硅酸钼蓝,于 815 nm 处,用分光光度计进行测定。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 无水碳酸钠。

5.8.2.2 硼酸。

5.8.2.3 硝酸溶液:1+1。

5.8.2.4 盐酸溶液:1+3。

5.8.2.5 钼酸钠溶液:195 g/L。

5.8.2.6 酒石酸溶液:100 g/L。

5.8.2.7 抗坏血酸溶液:20 g/L。

5.8.2.8 氢氧化钠溶液:200 g/L。

5.8.2.9 对硝基苯酚指示液:1 g/L。

5.8.2.10 二氧化硅标准储备溶液:1 mL 溶液含二氧化硅(SiO_2)0.100 mg。

用移液管移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的二氧化硅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.8.2.11 二氧化硅标准溶液:1 mL 溶液含二氧化硅(SiO_2)0.010 mg。

用移液管移取 10.00 mL 二氧化硅标准储备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.8.3 仪器、设备

5.8.3.1 铂坩埚:50 mL。

5.8.3.2 高温炉:能控制温度在 $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或 $850\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.8.3.3 分光光度计:配有 1 cm 比色皿。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 工作曲线的绘制

分别移取 0.00 mL(试剂空白)、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 二氧化硅标准溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至 50 mL 左右,加 1 滴对硝基苯酚指示液,用氢氧化钠溶液调为黄色,然后用盐酸溶液调为无色后再过量 3 mL,加入 5 mL 钼酸钠溶液,混匀。用水稀释至 60 mL 左右,在 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 放置 20 min。然后加入 5 mL 酒石酸溶液,最后加入 2 mL 抗坏血酸溶液。稀释至刻度,摇匀,放置 10 min。将部分溶液移入 1 cm 比色皿中,以水为参比,于分光光度计 815 nm 波长处测量其吸光度。减去试剂空白溶液吸光度后,以二氧化硅质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.8.4.2 试验溶液的制备

称取 1.0 g 试料,精确至 0.000 2 g,置于盛有 12 g 无水碳酸钠和 4 g 硼酸的铂坩埚中,小心混匀,同时进行空白试验。将其放入 $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中,用支架将铂坩埚与炉底面隔开。直到反应平稳(约 30 min),然后将铂坩埚移到 $850\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中,用同样方法将铂坩埚与炉底面隔开。熔融 30 min(空白试验熔融 5 min~10 min),取出铂坩埚,于空气中冷却。向铂坩埚中加入热水并慢慢加热使熔块溶解后,移入盛有 20 mL 硝酸溶液的 250 mL 塑料杯中,用 18 mL 硝酸溶解粘在铂坩埚壁上的残渣,用热水洗涤铂坩埚及铂盖,洗液合并于塑料杯中。在沸水浴中加热数分钟至盐类全部溶解,稍冷,将溶液移入 250 mL 容量瓶中,冷却,稀释至刻度,摇匀,立即将溶液移入塑料容器中。此溶液为试验溶液 B,用于二氧化硅、三氧化二铁和五氧化二磷的测定。

5.8.4.3 测定

用移液管移取 15 mL 试验溶液 B,置于 100 mL 容量瓶中。以下操作按 5.8.4.1 从“用水稀释至 50 mL 左右”开始至“……测量其吸光度”。空白试验与试样同时、同样处理。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中二氧化硅的质量。

5.8.5 结果计算

二氧化硅含量以二氧化硅(SiO_2)的质量分数 w_5 计,按公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 - m_2}{m \times (15/250)} \times 100\% \quad (5)$$

式中:

m_1 从工作曲线上查得的试验溶液中二氧化硅质量的数值,单位为克(g);

m_2 从工作曲线上查得的空白试验溶液中二氧化硅质量的数值,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,平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 %。

5.9 三氧化二铁含量的测定

5.9.1 原理

同 GB/T 3049 2006 中的第 3 章。

5.9.2 试剂和材料

同 GB/T 3049 2006 中的第 4 章。

5.9.3 仪器、设备

同 GB/T 3049 2006 中的第 5 章。

5.9.4 分析步骤

5.9.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049 2006 中 6.3 的规定,使用 4 cm 比色皿或 5 cm 比色皿,绘制铁含量为 0.010 mg~0.100 mg 的工作曲线。

5.9.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 B 和空白试验溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中,以下操作按 GB/T 3049 2006 中 6.4 从“必要时,加水至 60 mL……测量其吸光度”进行。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

5.9.5 结果计算

三氧化二铁含量以三氧化二铁(Fe_2O_3)的质量分数 $w\%$ 计,按公式(6)计算:

$$w\% = \frac{m_1 - m_2}{m \times (25/250)} \times 1.429 \times 100\% \quad (6)$$

式中:

m_1 从工作曲线上查得的试验溶液中铁质量的数值,单位为克(g);

m_2 从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁质量的数值,单位为克(g);

m 试料(5.8.4.2)质量的数值,单位为克(g);

1.429 铁换算三氧化二铁的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.01 %。

5.10 五氧化二磷含量测定

5.10.1 方法提要

试样用碳酸钠和硼酸混合熔剂熔融,用硝酸酸化。用氢氧化钠溶液调节酸度,在 $\text{pH} \approx 0.3$ 或 0.3 以下时加入钼酸铵使磷形成磷钼杂多酸,经还原成磷钼蓝后,于 662 nm 处,用分光光度计进行测定。

5.10.2 试剂和材料

5.10.2.1 钼酸铵溶液:25 g/L。

5.10.2.2 氢氧化钠溶液:500 g/L。

5.10.2.3 抗坏血酸溶液:20 g/L。

5.10.2.4 酚酞指示液:10 g/L。

5.10.2.5 磷标准溶液:1 mL 溶液含磷(P)0.010 mg。

用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的磷标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中用水稀释至刻度,摇匀。该溶液使用前配制。

5.10.3 仪器

5.10.3.1 水浴:可控制温度在 $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.10.3.2 分光光度计:配有 2 cm 比色皿。

5.10.4 分析步骤

5.10.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取 0 mL (试剂空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 磷标准溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中,加入 3 滴酚酞指示液,滴加氢氧化钠溶液至试液显微红色,加入 10 mL 钼酸铵溶液,用水稀释至 80 mL (此时溶液的 pH≈0.3) 摇匀,加 2 mL 抗坏血酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。置于 30℃±1℃ 水浴中放置 30 min。将部分溶液移入 2 cm 比色皿中,以水为参比,用分光光度计在波长 662 nm 处测量其吸光度,减去试剂空白溶液的吸光度后,以磷含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.10.4.2 测定

用移液管移取 5 mL 试验溶液 B,置于 100 mL 容量瓶中。以下操作按 5.10.4.1 从“加入 3 滴酚酞指示液”开始,至“……测量其吸光度”进行。空白试验与试样同时同样处理。从工作曲线上查出试验溶液和空白试验溶液中磷的质量。

5.10.5 结果计算

五氧化二磷含量以五氧化二磷(P_2O_5)的质量分数 w_7 计,按公式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m_1 - m_2}{m \times (5/250)} \times 2.291 \times 100\% \quad \text{..... (7)}$$

式中:

m_1 从工作曲线上查得的试验溶液中磷质量的数值,单位为克(g);

m_2 从工作曲线上查得的空白试验溶液中磷质量的数值,单位为克(g);

m 试料(5.8.4.2)质量的数值,单位为克(g);

2.291 磷换算为五氧化二磷的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

5.11 水分的测定

5.11.1 仪器、设备

5.11.1.1 电热恒温干燥箱:能控制温度为 105℃±2℃。

5.11.1.2 称量瓶:φ70 mm×35 mm。

5.11.2 分析步骤

用已于 105℃±2℃ 条件下干燥至质量恒定的称量瓶,称取约 20 g 试样,精确至 0.002 g。置于电热恒温干燥箱中,在 105℃±2℃ 的条件下干燥至质量恒定。

5.11.3 结果计算

水分以质量分数 w_8 计,按公式(8)计算:

$$w_8 = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100\% \quad \text{..... (8)}$$

式中:

m_1 质量恒定后称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_2 质量恒定前称量瓶和试料质量的数值,单位为克(g);

m_3 质量恒定后称量瓶和试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于 0.003%。

6 检验规则

6.1 本标准要求中规定的所有指标为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一级别的工业氟化钡为一批。每批产品不超过 30 t。

6.3 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斜插入至料层深度的

3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁干燥的具塞塑料瓶或塑料袋中,密封。瓶或袋上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品,另一份保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

6.4 生产厂应保证每批出厂的工业氟化钡都符合本标准的要求。

6.5 检验结果如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

6.6 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。

7 标志、标签

7.1 工业氟化钡包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及 GB 190 中规定的“毒性物质”标志和 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”和“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的工业氟化钡都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业氟化钡的内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎紧,或用与其相当的其他方式封口,外包装采用塑料编织袋或复合牛皮纸袋,外袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳牢固缝合。每袋净含量为 25 kg 或 50 kg,也可根据用户要求协商确定净含量。

8.2 工业氟化钡在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮和暴晒。严禁与酸类、氧化剂、食品添加剂混运。

8.3 工业氟化钡应贮存在阴凉、干燥处,防止雨淋,受潮。严禁与酸类、氧化剂、食品添加剂混贮。

附 录 A
(资料性附录)
含汞废液的处理

将含汞废液收集于约 50 L 的容器中,当废液约为 40 L 时依次加入 400 g/L 氢氧化钠溶液 400 mL、硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$) 100 g,摇匀。10 min 后缓慢加入 30 %过氧化氢溶液 400 mL,充分混合,放置 24 h 后将上部清液排入废水中,沉淀物转入另一容器中,由专人进行汞的回收。

中华人民共和国
化工行业标准
工业氟化钼

HG/T 4499—2013

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 21千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·316

购书咨询:010-648888

售后服务:010-648899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:12.00元

版权所有 违者必究