

ICS 71.060.50
G 12
备案号:41826—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4508—2013

高纯碳酸锶

High purity strontium carbonate

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、绵阳市远达新材料有限公司、重庆新申锶盐有限公司、重庆新申世纪化工有限公司。

本标准主要起草人：杨裴、范勇军、汤明松、申静、王强、范国强、吴卫东。

高纯碳酸锶

1 范围

本标准规定了高纯碳酸锶的要求,试验方法,检验规则以及标志、标签,包装、运输、贮存。

本标准适用于高纯碳酸锶,该产品主要用于玻璃基板、发光材料、电子元器件、高性能锶铁氧体等的生产。

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/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-菲罗啉分光光度法

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、制剂及制品的制备 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、制剂及制品的制备 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、制剂及制品的制备 第3部分:制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: SrCO_3

相对分子质量:147.62(按2011年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:白色粉末。

4.2 高纯碳酸锶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
碳酸锶(SrCO_3)(以干基计) $w/\%$	≥ 99.5	99.0	98.0
钡(Ba) $w/\%$	≤ 0.05	0.15	
钙(Ca) $w/\%$	≤ 0.04	0.15	
镁(Mg) $w/\%$	≤ 0.001	0.005	
钠(Na) $w/\%$	≤ 0.02	0.05	
铁(Fe) $w/\%$	≤ 0.001	0.002	0.002
重金属(以 Pb 计) $w/\%$	≤ 0.0005	0.001	0.002
总硫(以 SO_4^{2-} 计) $w/\%$	≤ 0.03	0.05	--
氯化物(以 Cl 计) $w/\%$	≤ 0.03	0.05	
水分 $w/\%$	\leq	0.30	
粒径	协 商		

5 试验方法

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

5.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,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。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂和制品,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,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

5.4 碳酸锶含量的测定

5.4.1 方法提要

试样经酸溶解后,在碱性条件下,用邻甲苯酚酞络合指示剂-萘酚绿 B 混合指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,根据乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液消耗量计算得到锶、钙、钡的含量,从中减去钙、钡折算成碳酸锶的含量,得到碳酸锶含量。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.4.2.2 氨水溶液:1+1。

5.4.2.3 95%乙醇。

5.4.2.4 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.5 邻甲苯酚酞络合指示剂-萘酚绿 B 混合指示剂。

5.4.3 分析步骤

称取干燥($105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$)至质量恒定的试样约 0.8 g,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加入约 30 mL 水,盖上表面皿,滴加 3 mL 盐酸溶液至试样完全溶解,加热煮沸赶尽二氧化碳,冷却后,全部转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 25 mL 该溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定约 20 mL,加入 15 mL 氨水溶液、20 mL 95 % 乙醇,加入适量的邻甲苯酚酞络合指示剂-萘酚绿 B 混合指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液呈亮绿色即为终点。

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。

5.4.4 结果计算

碳酸锶的含量以碳酸锶(SrCO_3)的质量分数 w_1 计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0)cM \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100\% - 1.075w_2 - 3.684w_3 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠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 ——碳酸锶摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=147.62$);

w_2 ——由 5.5 测得的钡的质量分数;

w_3 ——由 5.6 测得的钙的质量分数;

1.075——钡换算成碳酸锶的系数;

3.684——钙换算成碳酸锶的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.30 %。

5.5 钡的测定

5.5.1 原子吸收氧化亚氮-乙炔法(仲裁法)

5.5.1.1 方法提要

试样用盐酸溶解,在原子吸收分光光度计上,于 553.5 nm 处,使用氧化亚氮-乙炔火焰,采用标准加入法测定试样中钡含量。

5.5.1.2 试剂和材料

5.5.1.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.5.1.2.2 氯化钾溶液:1 mL 溶液含钾(K)50 mg。

准确称取 9.53 g 氯化钾(优级纯),用水稀释至 100 mL,贮存于聚乙烯瓶中。

5.5.1.2.3 钡标准溶液:1 mL 溶液含钡(Ba)0.10 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钡标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。

5.5.1.2.4 二级水:符合 GB/T 6682—2008 中的规定。

5.5.1.3 仪器

原子吸收分光光度计:采用氧化亚氮-乙炔火焰,配有钡空心阴极灯。

5.5.1.4 分析步骤

5.5.1.4.1 试验溶液的配制

称取一定量的试样(优等品约 10 g、一等品约 3 g),精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 二级水,盖上表面皿,滴加 30 mL 盐酸溶液溶解试样。加热煮沸 2 min,冷却后,全部移入 250 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。干过滤,得试验溶液 A。保留此溶液用于钙含量、镁含量和钠含量的测定。

5.5.1.4.2 测定

在一系列 50 mL 容量瓶中,各移入 10 mL 试验溶液 A,加 2 mL 盐酸溶液,再分别加入 0.00 mL、

2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 钡标准溶液和 5 mL 氯化钾溶液，用二级水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，于波长 553.5 nm 处，用氧化亚氮-乙炔火焰，选择最佳仪器工作条件，以二级水调零，测定其吸光度。以加入的钡标准溶液的质量浓度为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，将曲线反向延长与横坐标相交处，即为试验溶液中钡的质量浓度。

5.5.1.5 结果计算

钡的含量以钡(Ba)的质量分数 w_2 计，按公式(2)计算：

$$w_2 = \frac{\rho \times 50 \times 10^{-6}}{m \times 10 / 250} \times 100 \% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ ——从工作曲线上查出的试验溶液中钡的质量浓度的数值，单位为毫克每升(mg/L)；

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，两次平行测定结果的绝对差值优等品不大于 0.005 %，一等品不大于 0.015 %。

5.5.2 原子吸收加氧空气-乙炔法

5.5.2.1 方法提要

试样用盐酸溶解，在原子吸收分光光度计上，于 553.5 nm 处，用加氧空气-乙炔火焰，标准加入法测定试样中钡含量。

5.5.2.2 试剂和材料

5.5.2.2.1 盐酸溶液：1+1。

5.5.2.2.2 钡标准溶液：1 mL 溶液含钡(Ba)0.10 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钡标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用二级水稀释至刻度，摇匀。

5.5.2.2.3 二级水：符合 GB/T 6682—2008 中的规定。

5.5.2.3 仪器

原子吸收分光光度计：采用加氧空气-乙炔火焰，配有钡空心阴极灯。

5.5.2.4 分析步骤

5.5.2.4.1 试验溶液的配制

称取一定量的试样(优等品约 10 g、一等品约 3 g)，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 烧杯中，加 50 mL 二级水，盖上表面皿，滴加 30 mL 盐酸溶液溶解。加热煮沸 2 min，冷却后，全部移入 250 mL 容量瓶中，用二级水稀释至刻度，摇匀。干过滤，得试验溶液 A。保留此溶液用于钙含量、镁含量和钠含量的测定。

5.5.2.4.2 测定

在一系列 50 mL 容量瓶中，用移液管各移入 10 mL 试验溶液 A，加 2 mL 盐酸溶液，再分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 钡标准溶液，用二级水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，于波长 553.5 nm 处，用加氧空气-乙炔火焰，选择最佳仪器工作条件，以二级水调零，测定其吸光度。以加入的钡标准溶液的质量浓度为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，将曲线反向延长与横坐标相交，相交处即为试验溶液中钡的质量浓度。

5.5.2.5 结果计算

钡的含量以钡(Ba)的质量分数 w_3 计，按公式(3)计算：

$$w_3 = \frac{\rho \times 50 \times 10^{-6}}{m \times 10 / 250} \times 100 \% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ ——从工作曲线上查出的试验溶液中钡的质量浓度的数值，单位为毫克每升(mg/L)；

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值优等品不大于 0.005%,一等品不大于 0.015%。

5.6 钙的测定

5.6.1 方法提要

试样用盐酸溶解,在原子吸收分光光度计上,于 422.7 nm 处,用标准加入法测定试样中钙含量。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.6.2.2 钙标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)0.10 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钙标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。

5.6.2.3 二级水:符合 GB/T 6682—2008 中的规定。

5.6.3 仪器

原子吸收分光光度计:配有钙空心阴极灯。

5.6.4 分析步骤

在一系列 50 mL 容量瓶中,用移液管各移入 5 mL 试验溶液 A,加 2 mL 盐酸溶液,再分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 钙标准溶液,用二级水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,于波长 422.7 nm 处,用空气-乙炔火焰,选择最佳仪器工作条件,以二级水调零,测定其吸光度。以加入钙标准溶液的质量浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,相交处即为试验溶液中钙的质量浓度。

5.6.5 结果计算

钙的含量以钙(Ca)的质量分数 w_4 计,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{\rho \times 50 \times 10^{-6}}{m \times 5/250} \times 100 \% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查出的试验溶液中钙的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值优等品不大于 0.004%,一等品不大于 0.015%。

5.7 镁的测定

5.7.1 方法提要

试样用盐酸溶解,在原子吸收分光光度计上,于 285.2 nm 处,用标准加入法测定试样中镁含量。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.7.2.2 镁标准溶液:1 mL 溶液含镁(Mg)0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.7.2.3 二级水:符合 GB/T 6682—2008 中的规定。

5.7.3 仪器

原子吸收分光光度计:配有镁空心阴极灯。

5.7.4 分析步骤

用移液管各移取 10 mL 试验溶液 A,于四个 50 mL 容量瓶中,分别加入 2 mL 盐酸溶液,再分别加入 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL 镁标准溶液,用二级水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,于波长 285.2 nm 处,用空气-乙炔火焰,选择仪器最佳工作条件,以二级水调零,测定其吸光度。以加入镁的标准溶液的质量浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,相交处即为试验溶液中镁的质量浓度。

5.7.5 结果计算

镁的含量以镁(Mg)的质量分数 w_5 计,按公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{\rho \times 50 \times 10^{-6}}{m \times 10 / 250} \times 100 \% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查出的试验溶液中镁的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

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,两次平行测定结果的绝对差值优等品不大于 0.0001%,一等品不大于 0.0005%。

5.8 钠的测定

5.8.1 方法提要

试样用盐酸溶解,在原子吸收分光光度计上,于 589.0 nm 处,用标准加入法测定试样中钠含量。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.8.2.2 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.8.2.3 二级水:符合 GB/T 6682 2008 中的规定。

5.8.3 仪器

原子吸收分光光度计:配有钠空心阴极灯。

5.8.4 分析步骤

用移液管各移取 2.0 mL 试验溶液 A,于四个 50 mL 容量瓶中,分别加入 2 mL 盐酸溶液,再分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 钠标准溶液,用二级水稀释至刻度,摇匀。

在原子吸收分光光度计上,于波长 589.0 nm 处,用空气-乙炔火焰,选择最佳仪器工作条件,以二级水调零,测定其吸光度。以加入钠标准溶液的质量浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,相交处即为试验溶液中钠的质量浓度。

5.8.5 结果计算

钠的含量以钠(Na)的质量分数 w_6 计,按公式(6)计算:

$$w_6 = \frac{\rho \times 50 \times 10^{-6}}{m \times 2 / 250} \times 100 \% \dots\dots\dots (6)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查出的试验溶液中钠的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值优等品不大于 0.002%,一等品不大于 0.005%。

5.9 铁的测定

5.9.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 的第 3 章。

5.9.2 试剂和材料

5.9.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.9.2.2 其他试剂同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

5.9.3 仪器

分光光度计:配有 4 cm 或 5 cm 的比色皿。

5.9.4 分析步骤

5.9.4.1 工作曲线的绘制

按照 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定,使用 4 cm 或 5 cm 的比色皿及对应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

5.9.4.2 试验溶液的制备

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,加入 40 mL 水、20 mL 盐酸溶液,加热溶解,煮沸赶尽二氧化碳,冷却后用中速定性滤纸过滤,用水洗涤,滤液和洗涤液收集于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 50 mL 试验溶液,按 GB/T 3049·2006 中 6.4 的规定从“必要时,加水至 60 mL……”开始进行操作。

同时做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他操作、加入的试剂与试验溶液的处理相同。

5.9.5 结果计算

铁的含量以铁(Fe)的质量分数 w_7 计,按公式(7)计算:

$$w_7 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 50/200} \times 100 \% \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 1 %。

5.10 重金属含量的测定

5.10.1 方法提要

在弱酸性条件下,试样中的重金属离子与饱和硫化氢作用,生成棕褐色悬浮液,与同法处理的铅标准比浊溶液比较。

5.10.2 试剂和材料

5.10.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.10.2.2 氨水溶液:1+1。

5.10.2.3 乙酸盐缓冲溶液:pH≈3.5。

称取 25.0 g 乙酸铵,加 25 mL 水溶解,加 45 mL 盐酸溶液,再用盐酸溶液或氨水溶液调节 pH 值至 3.5,用水稀释至 100 mL。

5.10.2.4 硫化氢饱和溶液(临用时制备)。

5.10.2.5 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.10.2.6 酚酞指示液:10 g/L。

5.10.3 分析步骤

称取 1.00 ± 0.01 g 试样,置于 50 mL 比色管中,加约 10 mL 水,加 1 滴酚酞指示液,滴加氨水溶液至溶液刚为红色,再滴加盐酸溶液至溶液红色消失。加 5 mL 乙酸盐缓冲溶液、10 mL 硫化氢饱和溶液,用水稀释至刻度,摇匀,于暗处放置 5 min。在白色背景下观察,所呈颜色不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备:移取一定量的铅标准溶液(优等品 0.5 mL、一等品 1.0 mL、合格品 2.0 mL)

于 50 mL 比色管中,加水至 20 mL,加 5 mL 乙酸盐缓冲溶液、10 mL 硫化氢饱和溶液,用水稀释至刻度,摇匀,于暗处放置 5 min。与试样同时处理。

5.11 总硫含量的测定

5.11.1 方法提要

试样用碳酸钠和硝酸钾熔融后,在酸性介质中,硫酸根离子与氯化钡反应形成硫酸钡白色悬浊液,与标准比浊溶液进行比较。

5.11.2 试剂和材料

5.11.2.1 无水碳酸钠。

5.11.2.2 硝酸钾。

5.11.2.3 盐酸。

5.11.2.4 盐酸溶液:1+1。

5.11.2.5 氯化钡溶液:50 g/L。

5.11.2.6 碳酸钠溶液:10 g/L。

5.11.2.7 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸根(SO_4^{2-})0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.11.3 仪器、设备

5.11.3.1 铂坩埚。

5.11.3.2 高温炉:温度能控制在 $900\text{ }^\circ\text{C}\pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.11.4 分析步骤

称取 $1.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于铂坩埚中,加入 5 g 无水碳酸钠、0.1 g 硝酸钾,混匀。置于高温炉中,于 $900\text{ }^\circ\text{C}\pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 下熔融 30 min,取出冷却后,将铂坩埚放入 250 mL 烧杯中,加入 80 mL 水,置于沸水浴中加热至熔块松散,用玻璃棒充分搅拌后,用慢速滤纸过滤,用热碳酸钠溶液洗涤,滤液及洗液收集于 250 mL 烧杯中,用盐酸中和至弱酸性,加热至沸并保持 5 min,冷却后转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

吸取上述溶液 25 mL 置于 50 mL 比色管中,加入 2 mL 盐酸溶液,加水至约 40 mL,加入 5 mL 氯化钡溶液,加水至刻度,摇匀,放置 20 min 后与标准比浊溶液进行比较。

标准比浊溶液的制备:移取一定量的硫酸盐标准溶液(优等品 3.0 mL、一等品 5.0 mL)置于 50 mL 比色管中,加入 2 mL 盐酸溶液,加水至约 40 mL,加入 5 mL 氯化钡溶液,加水至刻度,摇匀,放置 20 min。与试样同时处理。

5.12 氯化物含量的测定

5.12.1 方法提要

试样用硝酸溶液溶解,在试液中加入硝酸银溶液,与试样中的氯离子反应生成氯化银沉淀,与标准比浊溶液进行比较。

5.12.2 试剂和材料

5.12.2.1 硝酸溶液:1+2。

5.12.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

5.12.2.3 氯标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.12.3 分析步骤

称取 $1.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 水、5 mL 硝酸溶液,煮沸 5 min,冷却后移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用慢速定性滤纸干过滤,弃去前 20 mL 溶液。用移液

管移取 10 mL 滤液,置于 50 mL 比色管中,加 1 mL 硝酸溶液、1 mL 硝酸银溶液,加水至刻度,摇匀。置于暗处放置 10 min,与标准比浊溶液比较,其浊度不得深于标准。

标准比浊溶液的制备:移取一定量的氯标准溶液(优等品 3.0 mL、一等品 5.0 mL),置于 50 mL 比色管中,加 1 mL 硝酸溶液、1 mL 硝酸银溶液,加水至刻度,摇匀。置于暗处放置 10 min,与试样同时处理。

5.13 水分的测定

5.13.1 方法提要

试料在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定,根据试料干燥前后的质量变化确定水分。

5.13.2 仪器、设备

5.13.2.1 称量瓶: $\phi 50\text{ mm}\times 30\text{ mm}$ 。

5.13.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.13.3 分析步骤

用已于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥至质量恒定的称量瓶,称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于电热恒温干燥箱中,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥至质量恒定。

5.13.4 结果计算

水分以质量分数 w_8 计,按公式(8)计算:

$$w_8 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m_1 ——干燥前试料和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试料和称量瓶质量的数值,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,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03 %。

5.14 粒径的测定

5.14.1 仪器

激光粒度仪:具备超声分散、电磁循环及数据分析处理功能。

5.14.2 分析步骤

取约 0.1 g~0.5 g 试样,置于预先盛有适量水的激光粒度仪样品池中,将相关参数调整到仪器最佳使用状态,按照激光粒径分析仪的操作步骤测定试样的粒径。

6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

6.1.1 型式检验

要求中规定的所有指标项目为型式检验项目,在正常生产情况下,每 6 个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

6.1.2 出厂检验

要求中规定的碳酸锶含量、钡含量、钙含量、铁含量、水分共五项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高纯碳酸锶为一批,每批产品不超过 60 t。

6.3 按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀,用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中,密封,并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用,另一份保存备查,保存时间根据生产企业需求确定。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准要求,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。

6.5 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合本标准。

7 标志、标签

7.1 高纯碳酸锶包装上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号(或生产日期)、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的高纯碳酸锶都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、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 高纯碳酸锶采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,外包装采用塑料编织袋。包装内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,或用与其相当的其他方式封口;外袋采用缝包机缝合,缝合牢固,无漏缝或跳线现象。每袋净含量为 25 kg、50 kg。也可根据用户要求进行包装。

8.2 高纯碳酸锶运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮和暴晒。

8.3 高纯碳酸锶应贮存于通风、干燥的仓库内。

中华人民共和国
化工行业标准
高纯碳酸锶

HG/T 4508 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 $\frac{3}{4}$ 字数21千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1617

BZ002103089



购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

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