

ICS 71. 060. 10

G 13

备案号 :37826—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2325—2012

代替 HG/T 2325—2004

电子工业用粒状一氧化铅

Granular lead for electronic industrial use

2012-11-07 发布

2013-03-01 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。

本标准代替 HG/T 2325—2004《电子工业用粒状一氧化铅》，与 HG/T 2325—2004 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 指标项目中金属铅优等品由不大于 0.04 % 调整为不大于 0.03 % (见 4.2, 2004 年版的 3.2)；
- 删除了附录 A 和附录 B。

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、广东省汕头市质量计量监督检验所。

本标准主要起草人：李光明、杨建英。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG/T 2325—1992、HG/T 2325—2004。

电子工业用粒状一氧化铅

1 范围

本标准规定了电子工业用粒状一氧化铅的要求、试验方法、检验规则、标志、标签和包装、运输、贮存、安全。

本标准适用于电子工业用粒状一氧化铅。主要用于制造玻壳和铅玻璃等原料。

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—2009 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 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛

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 数值修约规则和极限数值的表示和判定

GB 15258 化学品安全标签编写规定

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:PbO

相对分子质量:223.20(按2010年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:橘红色或橙黄色颗粒。

4.2 电子工业用粒状一氧化铅按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表 1 技术要求

项目	指标	
	优等品	一等品
一氧化铅(PbO) w/% ≥	99.5	99.5
金属铅(Pb) w/% ≤	0.03	0.1
铁(以 Fe ₂ O ₃ 计) w/% ≤	0.003	0.005
氧化铜(CuO) w/% ≤	0.001	0.002
乙酸不溶物 w/% ≤	0.1	0.2
水分 w/% ≤	0.2	0.2
粒度(3.35 mm 筛余物) (0.106 mm 筛余物) w/% ≥	0 95.0	0 95.0

注: 用户对粒度有特殊要求时, 供需协商。

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! 如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗, 严重者应立即就医。挥发性有机溶剂大部分有害人体健康且易燃, 操作时应在通风橱中进行, 并防止与明火接触。

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。试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其他规定时, 均按 HG/T 3693.1、HG/T 3693.2、HG/T 3693.3 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 一氧化铅含量的测定

5.4.1 方法提要

试样用乙酸溶液溶解, 过滤除去金属铅等不溶物, 调节溶液 pH 约为 5.5, 以二甲酚橙为指示剂, 用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定。通过乙二胺四乙酸二钠的消耗量计算出一氧化铅的含量。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 乙酸溶液: 1+3。

5.4.2.2 乙酸溶液: 1+9。

5.4.2.3 氨水溶液: 1+3。

5.4.2.4 重铬酸钾溶液: 5 g/L。

5.4.2.5 六亚甲基四胺溶液: 200 g/L;

用硝酸溶液(1+9)调节溶液 pH 为 5.5 左右(用精密 pH 试纸检验)。

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

5.4.2.7 二甲酚橙指示液: 5 g/L(使用期为 15 日)。

5.4.3 分析步骤

称取约 13 g 样品, 精确至 0.000 2 g, 置于 250 mL 烧杯中, 加 65 mL 乙酸溶液(5.4.2.1)加热使其溶解, 用中速滤纸过滤, 用乙酸溶液(5.4.2.2)洗涤三次, 每次用 5 mL, 再用热水洗涤至无铅离子(用重铬酸钾溶液检验无白色沉淀)。冷却后, 将滤液和洗涤液收集到 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度。摇匀。

40 mL, 加 5 mL 乙酸铵溶液, 用氨水溶液或硝酸溶液调节 pH 约为 4.5(用精密 pH 试纸检验), 加 2 mL 盐酸羟胺溶液, 2 mL 新亚铜灵乙醇溶液, 摆匀放置 5 min, 加 10 mL 三氯甲烷, 振荡 1 min, 静置分层后将有机相放入 3 cm 吸收池中, 使用分光光度计, 在 470 nm 波长下, 以水为参比, 测定有机相溶液的吸光度。以铜的质量为横坐标, 对应的吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

5.7.1.4.2 试验溶液制备

称取试样 1 g, 准确至 0.000 2 g, 置于 100 mL 烧杯中。加 5 mL 硝酸溶液, 加热溶解, 滴加过氧化氢溶液还原至溶液透明。加热赶尽氧化氮, 将溶液置于 125 mL 分液漏斗。

5.7.1.4.3 空白试验溶液制备

除不加试样外, 其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同。并与试样同时进行同样处理。

5.7.1.4.4 测定

将试验溶液和空白试验溶液分别转移至 125 mL 分液漏斗中, 加水至约 40 mL, 以下操作, 按 5.7.1.4.1 条“加 5 mL 乙酸铵溶液……测定有机相溶液的吸光度。”根据试验溶液和空白试验溶液的吸光度从工作曲线查出铜的质量。

5.7.1.5 结果计算

氧化铜的含量以氧化铜(CuO)的质量分数 w_4 计, 数值以%表示, 按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_2) \times 1.25 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad (5)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线查出的试验溶液中氧化铜的质量的数值, 单位为毫克(mg);

m_2 ——从工作曲线查出的试验空白溶液中氧化铜的质量的数值, 单位为毫克(mg);

1.25——铜换算成氧化铜的系数;

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 0.000 5 %。

5.7.2 原子吸收分光光度法

5.7.2.1 方法提要

试样用硝酸溶解, 在波长 324.8 nm 下, 用原子吸收分光光度计进行测定。

5.7.2.2 试剂和材料

5.7.2.2.1 铜标准溶液: 1 mL 溶液含铜(Cu)0.010 mg;

用移液管移取 1.00 mL 按 HG/T 3693.2 配制的铜标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。

5.7.2.2.2 水: 符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

5.7.2.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计: 配备有铜空心阴极灯。

5.7.2.4 分析步骤

5.7.2.4.1 试验溶液的制备

称取 2 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于 100 mL 烧杯中。加 20 mL 硝酸溶液, 置于可调节的电炉上慢慢加热, 使试样溶解, 冷却后移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。

5.7.2.4.2 空白试验溶液制备

除不加试样外, 其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同。并与试样同时进行同样处理。

5.7.2.4.3 工作曲线

用移液管移取 0.0、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 铜标准溶液, 分别置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摆匀。在 324.8 nm 波长下, 以水为参比, 调节原子吸收分光光度计的吸光度为零, 测定溶液的吸光度。以铜的质量为横坐标, 对应的吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

m_1 ——干燥前试料和称量瓶的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试料和称量瓶的质量的数值,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 0.005 %。

5.10 粒度的测定

5.10.1 仪器、设备

试验筛：符合 GB/T 6003.1—1997 中 R40/3 系列， $\phi 200 \text{ mm} \times 50 \text{ mm} - 3.35 \text{ mm}$, $\phi 200 \text{ mm} \times$
 $50 \text{ mm} - 0.106 \text{ mm}$ 。

5.10.2 分析步骤

将试验筛筛底、0.106 mm 试验筛、3.35 mm 试验筛按顺序由下至上装好,称取约 50 g 试样,精确至 0.01 g,放入装好的试验筛中,盖好筛盖,用手筛动 5 min,分别将筛余物称量,精确至 0.01 g。

5.10.3 结果计算

粒度的质量分数以 w_7 计, 数值以%表示, 按式(9)计算:

式中：

m_1 ——筛余物质量的数值,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 0.1 %。

6 检验规则

6.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目，应逐批检验。

6.2 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等级的电子工业用粒状一氧化铝为一批。每批产品不超过100 t。

6.3 按 GB/T 6678 规定的采样技术确定采样单元数。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广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存备查,保存时间由生产厂根据实际情况确定。

6.4 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。

6.5 按 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7.1 电子工业用粒状一氧化铅包装袋上应有牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名称、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号、GB 190—2009 所规定的“有毒品”标志、GB/T 191—2008 规定的“怕雨”标志以及符合 GB 15258 的安全标签。

7.2 每批出厂的电子工业用粒状一氧化铅都应附有质量证明书。内容包括：生产厂名称、厂址、产品名称、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 电子工业用粒状一氧化铝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人工扎口, 或用与其相当的其他方式封口; 外包装采用塑料编织袋, 外包装牢固缝合。每袋净含量 25 kg。1 000 kg 可以采用柔性集装袋包装。用户有特殊要求时, 协商确定。

- 8.2 电子工业用粒状一氧化铅在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。
8.3 电子工业用粒状一氧化铅在贮存过程中,防止雨淋、暴晒。

9 安全

- 9.1 电子工业用粒状一氧化铅属于危险化学品,在分析检验过程中避免与皮肤接触。样品要由专人专门保管,避免丢失或误食造成对人和环境的危害。
9.2 检验过程中的含铅废液不准排入下水道,要统一收集起来,经过处理后,将不含铅的废液排入下水管道,避免造成对环境污染。
-

中华人民共和国
化工行业标准
电子工业用粒状一氧化铅

HG/T 2325—2012

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 3/4 字数 20 千字

2013 年 2 月北京第 1 版第 1 次印刷

书号：155025 · 1325

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。
