

ICS 71.060.50
G 12
备案号:30098—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3254—2010

代替 HG/T 3254—2001

电子工业用水合锑酸钠

Sodium antimonate hydration for electronic industry

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准代替 HG/T 3254—2001《电子工业用水合锑酸钠》。

本标准与 HG/T 3254—2001 的主要技术差异如下：

- 外观由原来的白色微粒变为一等品为白色粉末，合格品为浅灰色粉末(2001 年版的 3.1, 本版的 4.1)；
- 根据用户要求取消 Sb^{3+} 指标，增设 PbO 和 As_2O_3 指标， PbO 含量一等品 $\leq 0.10\%$ ， As_2O_3 含量一等品 $\leq 0.02\%$ ，合格品 $\leq 0.10\%$ (2001 年版的 3.2, 本版的 4.2)；
- 将一等品铁含量由 $\leq 0.005\%$ 调整为 $\leq 0.01\%$ (2001 年版的 3.2, 本版的 4.2)；
- 产品细度改为协商(2001 年版的 3.2, 本版的 4.2)；
- 产品包装增加塑料编织袋 25 kg 和集装袋 1 000 kg(2001 年版的 7, 本版的 8)；
- 增加了附录 A(资料性附录)含砷废液的处理。

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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。

本标准主要起草单位：中海油天津化工研究设计院、株洲安特锑业化工有限公司、山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：杨裴、李伟星、阳明、王骏、赵祖亮。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- HG/T 3254—1989、HG/T 3254—2001。

电子工业用水合锑酸钠

1 范围

本标准规定了电子工业用水合锑酸钠的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输和贮存。
本标准适用于电子工业用水合锑酸钠,主要用于显像管玻壳澄清剂,也可用于其他高档玻璃的澄清剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780 : 1997)

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(mod ISO 3696 : 1987)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示方法和判定

GB/T 10454 集装袋

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: $\text{NaSb}(\text{OH})_6$

相对分子质量: 246.79(按 2007 年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观: 一等品为白色粉末,合格品为浅灰色粉末。

4.2 电子工业用水合锑酸钠应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目		指 标	
		一等品	合格品
总锑(以 Sb_2O_5 计) $w/\%$		64.0~65.6	64.0~65.6
氧化钠(Na_2O) $w/\%$		12.0~13.0	12.0~13.0
砷(以 As_2O_3 计) $w/\%$	\leq	0.02	0.10
铁(以 Fe_2O_3 计) $w/\%$	\leq	0.01	0.05
铜(以 CuO 计) $w/\%$	\leq	0.001	0.005
铬(以 Cr_2O_3 计) $w/\%$	\leq	0.001	0.005
铅(以 PbO 计) $w/\%$	\leq	0.10	—
钒(以 V_2O_5 计) $w/\%$	\leq	0.001	0.005
水分 $w/\%$		0.30	
细度	850 μm 试验筛余物 $w/\%$	协 商	
	150 μm 试验筛余物 $w/\%$		
	75 μm 试验筛余物 $w/\%$		

注: 本表所列指标除水分和细度外,指标参数均以干基计。

5 试验方法

5.1 安全提示

本标准试验方法中使用的部分试剂具有毒性、腐蚀性, 操作者须小心谨慎! 如溅到皮肤上应立即用水冲洗, 严重者应立即就医。挥发性物质、有机物质、有刺激性气味物质, 操作时应在通风良好的通风橱中进行。

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、制剂及制品, 在没有注明其他要求时, 均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.3 的规定制备。

5.3 外观检验

在自然光下, 用目视法判别外观。

5.4 总锑含量的测定

5.4.1 方法提要

在硫酸介质中, 硫酸联氨将五价锑还原成三价锑, 过量的硫酸联氨受热分解; 滴加七价锰与三价锑发生氧化还原反应, 根据高锰酸钾标准滴定溶液的消耗量计算总锑含量。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 硫酸;

5.4.2.2 硫酸联氨;

5.4.2.3 盐酸溶液: 1+9;

5.4.2.4 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.4.3 分析步骤

称取 0.3 g 于 105 °C ~ 110 °C 下干燥至质量恒定的试样, 精确至 0.000 2 g, 置于 250 mL 锥形瓶中, 加入 0.5 g 硫酸联氨, 摇匀, 再加入 15 mL 硫酸, 轻轻摇动锥形瓶使试样分散均匀, 置于电炉上加热。待试样全部溶解, 并无气泡放出, 瓶口有大量白烟冒出后, 取下冷却至常温。然后, 沿瓶壁四周缓缓加入 50 mL 水, 再将 50 mL 盐酸溶液在摇动下缓慢加入锥形瓶中, 用冰水迅速冷却。在常温下用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至微红色且在 30 s 内不消失为终点。

同时做空白试验, 空白试验除不加试样外, 其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

5.4.4 结果计算

总锑含量以五氧化二锑(Sb_2O_5)的质量分数 w_1 计, 数值以 % 表示, 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM/(4 \times 1000)}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中:

V ——滴定试验溶液中所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——高锰酸钾标准滴定溶液($1/5\text{KMnO}_4$)浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值, 单位为克(g);

M ——五氧化二锑(Sb_2O_5)摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M=323.52$)。

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 0.2 %。

5.5 氧化钠含量的测定

5.5.1 方法提要

原子吸收分光光度计在 330.2 nm 波长下测定一系列已知浓度的标准溶液的吸光度, 绘制工作曲线, 再测定试验溶液吸光度, 根据试验溶液的吸光度在工作曲线上查出其值, 由此计算出试样中的氧化

钠含量。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 盐酸；

5.5.2.2 盐酸溶液:1+19；

5.5.2.3 酒石酸溶液:200 g/L；

5.5.2.4 钠标准溶液:1 mL 溶液含氧化钠(Na_2O)1.0 mg。

称取 1.885 9 g 于 500 °C ~ 600 °C 灼烧至质量恒定的基准氯化钠,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.5.3 仪器条件

5.5.3.1 仪器:原子吸收分光光度计；

5.5.3.2 光源:钠空心阴极灯；

5.5.3.3 波长:330.2 nm；

5.5.3.4 火焰:空气-乙炔。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 工作曲线的绘制

在一系列 100 mL 容量瓶中,用移液管移入 0.00 mL(试剂空白)、5.00 mL、10.0 mL、15.0 mL、20.0 mL 的钠标准溶液,加入 10 mL 酒石酸溶液,加入 6 mL 盐酸,以水稀释至刻度,摇匀。使用原子吸收分光光度计,在波长 330.2 nm 处,以水为参比测量其吸光度。以 100 mL 容量瓶中的氧化钠的量为横坐标,以扣除试剂空白后对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.5.4.2 测定

称取 0.1 g 于 105 °C ~ 110 °C 下干燥至质量恒定的试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加入 2 mL 盐酸,加热使试样溶解,取下稍冷,加入 10 mL 酒石酸溶液,再加热至近沸。冷却后,用盐酸溶液将其移入 100 mL 容量瓶中,并用该溶液稀释至刻度,摇匀。

同时做空白试验,空白试验除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

使用原子吸收分光光度计,在波长 330.2 nm 处,以水为参比,分别测量试验溶液和空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上分别查出试验溶液和空白试验溶液吸光度对应的氧化钠的量。

5.5.5 结果计算

氧化钠含量以氧化钠(Na_2O)的质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中氧化钠的质量的数值,单位为毫克(mg)；

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中氧化钠的质量的数值,单位为毫克(mg)；

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不大于 0.2 %。

5.6 砷含量的测定

5.6.1 方法提要

在硫酸介质中,硫酸联氨将试样中的五价砷还原成三价砷,用苯萃取三价砷,使其与基体及其他共存杂质分离,再用水反萃取砷并氧化成五价砷,加钼酸铵和硫酸联氨生成砷钼蓝,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 硫酸。

5.6.2.2 盐酸。

5.6.2.3 苯。

5.6.2.4 硫酸联氨。

5.6.2.5 硫酸溶液:1+20。

5.6.2.6 盐酸溶液:3+1。

5.6.2.7 盐酸溶液:1+1。

5.6.2.8 亚硫酸溶液:1+2。

5.6.2.9 氢氧化钠溶液:300 g/L。

5.6.2.10 钼酸铵溶液:15 g/L。

称取 1.5 g 钼酸铵 $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 置于 250 mL 烧杯中,加入 65 mL 水溶解,加 25 mL 硫酸,冷却后,稀释至 100 mL,摇匀。

5.6.2.11 硫酸联氨溶液:0.5 g/L。

5.6.2.12 砷标准溶液:1 mL 溶液含三氧化二砷(As_2O_3)0.1 mg。

称取 0.100 0 g 于干燥器中干燥至质量恒定的基准三氧化二砷,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加入 3 mL 氢氧化钠溶液(40 g/L)溶解至清亮,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.2.13 砷标准溶液:1 mL 溶液含三氧化二砷(As_2O_3)0.02 mg。

用移液管移取 20 mL 上述砷标准溶液(5.6.2.12),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.6.2.14 碘标准溶液: $c(1/2\text{I}_2) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.6.2.15 酚酞指示剂:10 g/L。

5.6.3 仪器

分光光度计:带有光程为 3 cm 的比色皿。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL(试剂空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 砷标准溶液(5.6.2.13),置于一系列 125 mL 分液漏斗中,加水至 6 mL。

加入 30 mL 盐酸、30 mL 苯,振荡萃取 1 min,静置分层,将水相移入第二个预先加有 10 mL 苯的分液漏斗中,振荡萃取 1 min,静置分层,弃去水相。将苯层合并于第一个分液漏斗中,用 5 mL 盐酸溶液(5.6.2.6)滴洗第一个分液漏斗的颈口和磨口塞,振荡 30 s,静置分层,弃去水相。再用 5 mL 盐酸溶液(5.6.2.6)重复洗一次,静置 2 min,尽可能将水相分离干净。

加入 20 mL 水于分液漏斗中反萃取,振荡 30 s,静置分层,将水相移入 50 mL 容量瓶中。再加入 15 mL 水于分液漏斗中,振荡 30 s,静置分层,将水相合并于容量瓶中。加 1 滴酚酞指示剂,用氢氧化钠溶液中和至红色,再滴加硫酸溶液至红色刚刚褪去,滴加碘标准溶液至溶液呈黄色并过量 0.2 mL,摇匀,静置 3 min。加入亚硫酸溶液使黄色褪去,用移液管移入 2.0 mL 钼酸铵溶液,摇匀。再移入 2.0 mL 硫酸联氨溶液,摇匀。在沸水浴中加热 7 min,取出冷却至常温,用水稀释至刻度,摇匀。

用 3 cm 比色皿,以水为参比,于分光光度计波长 660 nm 处测量其吸光度。以加入的砷标准溶液(5.6.2.13)中三氧化二砷的量为横坐标,以扣除试剂空白后对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.6.4.2 测定

称取 0.5 g 于 105 °C ~ 110 °C 下干燥至质量恒定的试样,精确至 0.001 g,置于锥形瓶中,再加入 0.5 g 硫酸联氨,以少量水润湿,加入 10 mL 硫酸,置于电炉上加热,在保持溶液近沸的温度下溶解试样至清亮。取下冷却,加入 8 mL 水,冷却至常温。加入 20 mL 盐酸溶液(5.6.2.7),移入 50 mL 容量瓶中,用盐酸溶液(5.6.2.7)分次洗涤锥形瓶,一并移入容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

同时做空白试验,空白试验除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

用移液管移取 10 mL 试液,置于第一个 125 mL 分液漏斗中。

以下按 5.6.4.1 中“加入 30 mL 盐酸、30 mL 苯,振荡萃取 1 min,静置分层,将水相移入第二个预先加有 10 mL 苯……”,与标准溶液同时操作。

用 3 cm 比色皿,以水为参比,于分光光度计波长 660 nm 处测量试验溶液和空白试验溶液的吸光度。从工作曲线上分别查出试验溶液和空白试验溶液的三氧化二砷的量。

5.6.5 结果计算

砷含量以三氧化二砷(As_2O_3)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 10/50} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中三氧化二砷的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中三氧化二砷的质量的数值,单位为毫克(mg);

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一等品不大于 0.002 %,合格品不大于 0.01 %。

5.7 铁含量的测定

5.7.1 方法提要

原子吸收分光光度计在 248.3 nm 波长下测定一系列已知浓度的标准溶液的吸光度,绘制工作曲线,再测定试验溶液吸光度,根据试验溶液的吸光度在工作曲线上查出其值,由此计算出试样中的铁含量。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 盐酸。

5.7.2.2 氢溴酸。

5.7.2.3 氯化钠溶液:20 g/L。

5.7.2.4 铁标准溶液:1 mL 溶液含三氧化二铁(Fe_2O_3)0.1 mg。

称取 0.604 g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,精确至 0.001 g,溶于水,加入 10 mL 硫酸,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.7.2.5 铁标准溶液:1 mL 溶液含三氧化二铁(Fe_2O_3)0.05 mg。

用移液管移取 50 mL 上述铁标准溶液(5.7.2.4),置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.7.3 仪器条件

5.7.3.1 仪器:原子吸收分光光度计;

5.7.3.2 光源:铁空心阴极灯;

5.7.3.3 波长:248.3 nm;

5.7.3.4 火焰:空气-乙炔。

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)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铁标准溶液(5.7.2.5),分别置于一系列 50 mL 容量瓶中,分别加入 6 mL 氯化钠溶液和 5 mL 盐酸,以水稀释至刻度,摇匀。使用原子吸收分光光度计,在波长 248.3 nm 处,以水为参比,测量其吸光度。以 50 mL 容量瓶中的三氧化二铁的量作为横坐标,以扣除试剂空白后对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.7.4.2 试验溶液 A 的制备

一等品称取 0.5 g、合格品称取 0.2 g 于 105 °C~110 °C 下干燥至质量恒定的试样,精确至 0.001 g,置于 50 mL 烧杯中,加少量水润湿,加入 2 mL 盐酸、4 mL 氢溴酸,加热溶解并低温蒸干,使大量白烟冒

出,至无烟后,取下冷却。加 3 mL 氢溴酸,低温蒸干,加热冒尽白烟,取下稍冷。再加 1 mL 氢溴酸,低温蒸干,加热冒尽白烟,冷却后,加 5 mL 盐酸和少量水,盖上表面皿,加热煮沸至残渣全部溶解,取下冷却,移入 50 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀,得到试验溶液 A。保留此溶液,用于铜、铬、铅含量的测定。

5.7.4.3 空白试验溶液 B 的制备

空白试验除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液 A 相同,得到空白试验溶液 B。保留此溶液,用于铜、铬、铅含量的测定。

5.7.4.4 测定

使用原子吸收分光光度计,在波长 248.3 nm 处,以水为参比,分别测量试验溶液 A 和空白试验溶液 B 的吸光度,从工作曲线上分别查出试验溶液 A 和空白试验溶液 B 对应的三氧化二铁的量。

5.7.5 结果计算

铁含量以三氧化二铁(Fe_2O_3)的质量分数 w_4 计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \text{..... (4)}$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液 A 中三氧化二铁的的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液 B 中三氧化二铁的的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的的质量的数值,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一等品不大于 0.002 %,合格品不大于 0.005 %。

5.8 铜含量的测定

5.8.1 方法提要

原子吸收分光光度计在 324.8 nm 波长下测定一系列已知浓度的标准溶液的吸光度,绘制工作曲线,再测定试验溶液吸光度,根据试验溶液的吸光度在工作曲线上查出其值,由此计算试样中的铜含量。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 盐酸。

5.8.2.2 氯化钠溶液:20 g /L。

5.8.2.3 铜标准溶液:1 mL 溶液含氧化铜(CuO)0.1 mg。

称取 0.314 g 硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$),精确至 0.000 2 g,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.8.2.4 铜标准溶液:1 mL 溶液含氧化铜(CuO)0.05 mg。

用移液管移取 50 mL 上述铜标准溶液(5.8.2.3),置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.8.3 仪器条件

5.8.3.1 仪器:原子吸收分光光度计;

5.8.3.2 光源:铜空心阴极灯;

5.8.3.3 波长:324.8 nm;

5.8.3.4 火焰:空气-乙炔。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL(试剂空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铜标准溶液(5.8.2.4),分别置于一系列 50 mL 容量瓶中,加入 6 mL 氯化钠溶液和 5 mL 盐酸,以水稀释至刻度,摇匀。使用原子吸收分光光度计,在波长 324.8 nm 处,以水为参比,测量其吸光度。以 50 mL 容量瓶中氧化铜的量为横坐标,

以扣除试剂空白后对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.8.4.2 测定

取 5.7.4 中制备的试验溶液 A 和空白试验溶液 B,使用原子吸收分光光度计,在波长 324.8 nm 处,以水为参比,分别测量其吸光度,从工作曲线上分别查出其氧化铜的量。

5.8.5 结果计算

铜含量以氧化铜(CuO)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液 A 中氧化铜的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液 B 中氧化铜的质量的数值,单位为毫克(mg);

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一等品不大于 0.000 2%,合格品不大于 0.001 %。

5.9 铬含量的测定

5.9.1 方法提要

原子吸收分光光度计在 357.9 nm 波长下测定一系列已知浓度的标准溶液的吸光度,绘制工作曲线,再测定试验溶液吸光度,根据试验溶液的吸光度,在工作曲线查出其值,由此计算试样中的铬含量。

5.9.2 试剂

5.9.2.1 盐酸。

5.9.2.2 氯化钠溶液:20 g/L。

5.9.2.3 铬标准溶液:1 mL 溶液含三氧化二铬(Cr₂O₃)0.1 mg。

称取 0.255 g 于 105 °C ~ 110 °C 下干燥至质量恒定的铬酸钾,精确至 0.000 2 g,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.9.2.4 铬标准溶液:1 mL 溶液含三氧化二铬(Cr₂O₃)0.05 mg。

用移液管移取 50 mL 上述铬标准溶液(5.9.2.3),置于 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.9.3 仪器条件

5.9.3.1 仪器:原子吸收分光光度计;

5.9.3.2 光源:铬空心阴极灯;

5.9.3.3 波长:357.9 nm;

5.9.3.4 火焰:空气-乙炔。

5.9.4 分析步骤

5.9.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL(试剂空白)、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 铬标准溶液(5.9.2.4),分别置于一系列 50 mL 容量瓶中,加入 6 mL 氯化钠溶液和 5 mL 盐酸,以水稀释至刻度,摇匀。使用原子吸收分光光度计,在波长 357.9 nm 处,以水为参比,测量其吸光度。以 50 mL 容量瓶中三氧化二铬的量为横坐标,以扣除试剂空白后对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.9.4.2 测定

取 5.7.4 中制备的试验溶液 A 和空白试验溶液 B,使用原子吸收分光光度计,在波长 357.9 nm 处,以水为参比,分别测量其吸光度,从工作曲线上分别查出三氧化二铬的量。

5.9.5 结果计算

铬含量以三氧化二铬(Cr₂O₃)的质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液 A 中三氧化二铬的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液 B 中三氧化二铬的质量的数值,单位为毫克(mg);

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一等品不大于 0.000 2 %,合格品不大于 0.001 %。

5.10 铅含量的测定

5.10.1 方法提要

原子吸收分光光度计在 283.3 nm 波长下测定一系列已知浓度的标准溶液的吸光度,绘制工作曲线,再测定试验溶液吸光度,根据试验溶液的吸光度在工作曲线上查出其值,由此计算试样中的铅含量。

5.10.2 试剂

5.10.2.1 盐酸。

5.10.2.2 氯化钠溶液:20 g/L。

5.10.2.3 铅标准溶液:1 mL 溶液含氧化铅(PbO)1 mg。

称量 0.742 g 硝酸铅,精确至 0.000 2 g,加 1+9 硝酸溶液 50 mL 溶解,移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.10.2.4 铅标准溶液:1 mL 溶液含氧化铅(PbO)0.1 mg。

移取 10.00 mL 上述铅标准溶液(5.10.2.3),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.10.3 仪器条件

5.10.3.1 仪器:原子吸收分光光度计;

5.10.3.2 光源:铅空心阴极灯;

5.10.3.3 波长:283.3 nm;

5.10.3.4 火焰:空气-乙炔。

5.10.4 分析步骤

5.10.4.1 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL(试剂空白)、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL 铅标准溶液(5.10.2.4),分别置于一系列 50 mL 容量瓶中,加入 6 mL 氯化钠溶液和 5 mL 盐酸,以水稀释至刻度,摇匀。使用原子吸收分光光度计,在波长 283.3 nm 处,以水为参比,测量其吸光度。以氧化铅在 50 mL 容量瓶中的量为横坐标,以扣除试剂空白后对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.10.4.2 测定

取 5.7.4 中制备的试验溶液 A 和空白试验溶液 B,使用原子吸收分光光度计,在波长 283.3 nm 处,以水为参比,分别测量其吸光度,从工作曲线上查出氧化铅的量。

5.10.5 结果计算

铅含量以氧化铅(PbO)的质量分数 w_7 计,数值以 % 表示,按式(7)计算:

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

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液 A 中氧化铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液 B 中氧化铅的质量的数值,单位为毫克(mg);

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不大于0.01%。

5.11 钒含量的测定

5.11.1 方法提要

试样经氢溴酸处理,加热挥发除铋后,用高氯酸将钒氧化。在盐酸介质中,以钽试剂三氯甲烷溶液萃取钒(V^{5+}),生成紫红色配合物,于分光光度计最大吸收波长530 nm处测量其吸光度,从而确定钒含量。

5.11.2 试剂

5.11.2.1 氢溴酸。

5.11.2.2 高氯酸。

5.11.2.3 三氯甲烷。

5.11.2.4 盐酸。

5.11.2.5 盐酸溶液:1+1。

5.11.2.6 苯甲酰苯胺(钽试剂)三氯甲烷溶液:1 g/L。

5.11.2.7 钒标准溶液:1 mL溶液含五氧化二钒(V_2O_5)0.5 mg。

称取0.322 g偏钒酸铵(NH_4VO_3),精确至0.000 2 g,溶于50 mL硫酸溶液(1+1),移入500 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.11.2.8 钒标准溶液:1 mL溶液含五氧化二钒(V_2O_5)0.005 mg。

用移液管移取10 mL上述钒标准溶液(5.11.2.7),置于1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

5.11.3 仪器

分光光度计:带有光程为1 cm的比色皿。

5.11.4 分析步骤

5.11.4.1 工作曲线的绘制

测定一等品时用移液管移取0.00 mL(试剂空白)、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL钒标准溶液(5.11.2.8),测定合格品时用移液管移取0.00 mL(试剂空白)、10.0 mL、20.0 mL、30.0 mL、40.0 mL、50.00 mL钒标准溶液(5.11.2.8),分别置于一系列100 mL容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

用移液管各取10 mL分别置于125 mL分液漏斗中,用移液管移入10 mL苯甲酰苯胺三氯甲烷溶液,加入15 mL盐酸溶液,充分振荡1 min进行萃取,静置分层。取其有机相,用1 cm比色皿,以三氯甲烷为参比,于分光光度计530 nm处,测量吸光度。以五氧化二钒在125 mL分液漏斗中的量为横坐标,以扣除试剂空白后对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.11.4.2 测定

称取0.5 g于105℃~110℃下干燥至质量恒定的试样,精确至0.000 2 g,置于50 mL烧杯中,加少量水润湿,加入2 mL盐酸、4 mL氢溴酸,加热溶解并低温蒸干,加热使大量白烟冒出,至无烟后,冷却。加入3 mL氢溴酸,低温蒸干,加热冒尽白烟,取下稍冷。加入1 mL氢溴酸,低温蒸干,加热冒尽白烟。冷却后,加入1 mL高氯酸,加热至近干后,取下冷却。再加入2滴高氯酸、10 mL水,加热至微沸,冷却至常温。移入25 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取10 mL上述溶液置于125 mL分液漏斗中,用移液管移入10 mL苯甲酰苯胺三氯甲烷溶液,加入15 mL盐酸溶液,充分振荡1 min进行萃取,静置分层。取其有机相作为试验溶液。

同时做空白试验,空白试验除不加试样外,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

用1 cm比色皿,以三氯甲烷为参比,于分光光度计波长530 nm处测量试验溶液和空白溶液的吸光度,从工作曲线上分别查出试验溶液和空白溶液对应的五氧化二钒的量。

5.11.5 结果计算

钒含量以五氧化二钒(V_2O_5)的质量分数 w_8 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_8 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 10/25} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中五氧化二钒的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中五氧化二钒的质量的数值,单位为毫克(mg);

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一等品不大于 0.000 2 %,合格品不大于 0.001 %。

5.12 水分的测定

5.12.1 方法提要

试样在 105 °C~110 °C 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定,根据试样干燥前后的质量差异确定水分。

5.12.2 仪器、设备

5.12.2.1 称量瓶: $\phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$;

5.12.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 °C~110 °C。

5.12.3 分析步骤

用已于 105 °C~110 °C 条件下干燥至质量恒定的称量瓶,称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于电热恒温干燥箱中,在 105 °C~110 °C 条件下干燥至质量恒定。

5.12.4 结果计算

水分以质量分数 w_9 计,数值以 % 表示,按式(9)计算:

$$w_9 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

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 0.01 %。

5.13 细度

5.13.1 仪器、设备

5.13.1.1 试验筛: R40/3 系列, $\phi 200 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}/850 \mu\text{m}$ 、 $\phi 200 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}/150 \mu\text{m}$ 、 $\phi 200 \text{ mm} \times 50 \text{ mm}/75 \mu\text{m}$,附有筛底及筛盖;

5.13.1.2 振筛机。

5.13.2 分析步骤

将试验筛按筛孔尺寸由小至大,自下至上安装好(850 μm →150 μm →75 μm →底盘)。称取 50 g 试样,精确至 0.01 g,倒入最上层试验筛中,盖上筛盖,用振筛机或手筛析。分别称量各筛上筛余物的量,精确到 0.01 g。

5.13.3 结果计算

细度以试验筛的筛余物的质量分数 w_{10} 计,数值以 % 表示,按式(10)计算:

$$w_{10} = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

m_1 ——试验筛上筛余物质量的数值,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 0.5 %。

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,每六个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时,必须进行型式检验:

- 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

要求中规定的总锑、氧化钠、砷含量、铁、铜、铬、铅、水分、细度为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 生产企业用相同的原料,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电子工业用水合锑酸钠产品为一批,每批产品不超过 15 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广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存备查,保存时间根据生产企业的需要而定。

6.4 生产厂应保证所有出厂的电子工业用水合锑酸钠产品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袋中采样进行复验,复验的结果即使有一项指标不符合本标准要求时,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断检验结果是否符合本标准。

7 标志、标签

7.1 电子工业用水合锑酸钠包装上应有牢固清晰的标志,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 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的电子工业用水合锑酸钠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 电子工业用水合锑酸钠可采用两种包装形式:

8.1.1 采用内衬聚乙烯塑料薄膜袋的塑料编织袋或复合塑料编织袋包装。内袋使用聚丙烯捆扎绳或与其质量相当的绳分层对折分别扎口,或用与其相当的其他方式封口,外袋应牢固缝合,无跳线或漏缝现象。每袋净含量 25 kg、50 kg。

8.1.2 集装袋包装:采用 GB 10454 规定的集装袋,内外袋应扎口严密牢固,其性能和检验方法应符合有关规定。每袋净含量 1 000 kg。

8.2 电子工业用水合锑酸钠在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。

8.3 电子工业用水合锑酸钠应贮存于阴凉干燥处,防止雨淋、受潮。

附 录 A
(资料性附录)
含砷废液的处理

A.1 方法原理

采用氢氧化物共沉淀法对含砷废液进行处理。用中和法处理不能把 As 沉淀,通常将其与 Ca、Mg、Ba、Fe、Al 等氢氧化物共沉淀而分离除去。用 $\text{Fe}(\text{OH})_3$ 时,其最适宜的条件是:铁砷比(Fe/As)为 30~50,pH 值为 7~10。

A.2 操作步骤

A.2.1 废液中含 As 量大时,加入 $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 溶液,调节 pH 值至 9.5 附近,充分搅拌先沉淀分离一部分砷。

A.2.2 在上述滤液中,加入 FeCl_3 ,使其铁砷比达到 50,用碱调节 pH 值 7~10 之间,并搅拌。

A.2.3 将上述滤液放置一夜,然后过滤,保管好沉淀物,最后的滤液按《水和废水监测分析方法》(国家环保局编)检验总砷,达到 GB 8978《污水综合排放标准》后,中和至中性直接排放下水道。

中华人民共和国
化工行业标准
电子工业用水合锑酸钠

HG/T 3254—2010

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)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张1 字数27千字

2011年3月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0869

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:14.00元

版权所有 违者必究