

ICS 71.060.50
G 12
备案号:30095—2011

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2969—2010

代替 HG/T 2969—1999

工业碳酸锶

Strontium carbonate for industrial use

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 2969—1999《工业碳酸锶》。

本标准与 HG/T 2969—1999《工业碳酸锶》的主要技术差异如下：

- 原标准中Ⅱ型碳酸锶含量、碳酸钙含量及碳酸钡含量分别由“不小于 95.0 %”、“不大于 1.0 %”、“不大于 3.0 %”修改为“不小于 96.0 %”、“不大于 0.5 %”、“不大于 2.5 %”(1999 年版的 3.3,本版的 5.2)；
- 氯含量的测定采用分光光度法和氯化银限量比浊法并列(1999 年版的 4.6,本版的 6.9)。

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、南京金焰锶业有限公司、重庆大足红磷锶业有限责任公司、河北辛集化工集团有限责任公司、重庆新申世纪化工有限公司。

本标准主要起草人：弓创周、吴卫东、曾开文、梁翠岩、申静。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- HG/T 2969—1989(1997)、HG/T 2969—1999。

工业碳酸锶

1 范围

本标准规定了工业碳酸锶的分型、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于工业碳酸锶,该产品主要用作彩色显像管玻壳、磁性材料、玻璃、陶瓷、焰火、冶金及其他锶盐的原料等。

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 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(idt ISO 6685 : 1982)

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

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 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: SrCO_3

相对分子质量: 147.63(按 2007 年国际相对原子质量)

4 分型

工业碳酸锶分为两型。

I 型:用于彩色显像管玻壳; II 型:用于磁性材料及其他。

5 要求

5.1 外观:白色粉末或颗粒。

5.2 工业碳酸锶应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标	
	I 型	II 型
锶钡含量($\text{SrCO}_3 + \text{BaCO}_3$) $w/\%$	≥ 98.0	
碳酸锶(SrCO_3) $w/\%$	\geq	96.0
碳酸钙(CaCO_3) $w/\%$	≤ 0.5	0.5
碳酸钡(BaCO_3) $w/\%$	≤ 2.0	2.5
钠(以 Na_2O 计) $w/\%$	≤ 0.3	—
铁(以 Fe_2O_3 计) $w/\%$	≤ 0.01	0.01
氯(Cl) $w/\%$	≤ 0.12	—
总硫(以 SO_4 计) $w/\%$	≤ 0.35	0.45
水分 $w/\%$	≤ 0.3	0.5
氧化铬(Cr_2O_3) $w/\%$	≤ 0.0005	—
粒度	协 商	

6 试验方法

6.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。部分试剂具有挥发性,必要时,需在通风橱中进行。

6.2 一般规定

本标准所用的试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或 GB/T 6682 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,在没有注明其他规定时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 外观判别

在自然光下,用目视法判定外观。

6.4 锶钡含量($\text{SrCO}_3 + \text{BaCO}_3$)的测定

6.4.1 方法提要

试样用酸溶解后,在 $\text{pH}=10$ 条件下,用铬黑 T 作指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定,测得钙、锶、钡含量,从中减去钙、钡含量,得碳酸锶含量,再加上碳酸钡含量。

6.4.2 试剂

6.4.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.4.2.2 氨水溶液:1+1。

6.4.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液甲($\text{pH}\approx 10$)。

6.4.2.4 乙二胺四乙酸二钠-氯化镁溶液: $c(\text{EDTA-MgCl}_2)\approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

配制:量取等体积的乙二胺四乙酸二钠溶液 [$c(\text{EDTA})\approx 0.1 \text{ mol/L}$] 和氯化镁溶液 [$c(\text{MgCl}_2)\approx 0.1 \text{ mol/L}$] 混合均匀后,用乙二胺四乙酸二钠溶液或氯化镁溶液调节至终点。

终点检验方法:取 25 mL 混合液,加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲和适量铬黑 T 指示剂,用乙二胺四乙酸二钠溶液或氯化镁溶液滴定至呈纯蓝色或紫色即为终点,其消耗量应少于 0.05 mL。

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

6.4.2.6 甲基红指示液:1 g/L。

6.4.2.7 铬黑 T 指示剂。

6.4.3 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加少量水润湿。盖上表面皿,滴加 3 mL 盐酸溶液使其溶解,加热煮沸,冷却后,加 1 滴甲基红指示液,用氨水溶液中和至溶液刚呈黄色为止。全部移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用中速定性滤纸干过滤。弃去约 50 mL 前滤液,收集滤液。

用移液管移取 50 mL 滤液,置于 250 mL 锥形瓶中,加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲、5 mL 乙二胺四乙酸二钠-氯化镁溶液和适量铬黑 T 指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液呈纯蓝色为终点。

同时做空白试验,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。

6.4.4 结果计算

碳酸锶含量以碳酸锶(SrCO_3)的质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V - V_0)cM}{1000m \times \frac{50}{500}} \times 100 - (1.475w_3 + 0.7481w_4) \dots\dots\dots (1)$$

锶钡含量以碳酸锶和碳酸钡($\text{SrCO}_3 + \text{BaCO}_3$)的质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = w_1 + w_4 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——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);

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);

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 ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——碳酸锶(SrCO_3)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=147.63$);

1.475——碳酸钙换算成碳酸锶的系数;

0.748 1——碳酸钡换算成碳酸锶的系数;

w_3 ——由 6.5 条测得碳酸钙的质量分数;

w_4 ——由 6.6 条测得碳酸钡的质量分数。

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 0.3 %。

6.5 碳酸钙含量的测定

6.5.1 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。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 盐酸溶液:1+1;

6.5.2.2 钙标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)0.10 mg;

6.5.2.3 二级水:符合 GB/T 6682—2008 中的规定。

6.5.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钙空心阴极灯。

6.5.4 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水。盖上表面皿,滴加 10 mL 盐酸溶液溶解。加热煮沸 2 min,冷却后,全部移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤,得试验溶液 A。保留此溶液用于碳酸钙含量和钠含量的测定。

在一系列 100 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、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 钙标准溶液,用水稀释至刻度,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,以水调零,测定其吸光度。以钙质量(mg)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,即为试验溶液中钙的含量。

6.5.5 结果计算

碳酸钙含量以碳酸钙(CaCO_3)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 2.497}{1000m \times \frac{10}{500}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

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

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

2.497——钙换算成碳酸钙的系数。

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 0.02 %。

6.6 碳酸钡含量的测定

6.6.1 方法提要

在 pH=5.9 条件下,钡离子与重铬酸钾生成铬酸钡沉淀,沉淀经过滤、洗涤,用盐酸溶解后,用硫代硫酸钠标准滴定溶液进行滴定,由消耗标准滴定溶液的体积计算出碳酸钡的含量。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.6.2.2 盐酸溶液:1+4。

6.6.2.3 氨水溶液:1+1。

6.6.2.4 乙酸铵溶液:10 g/L。

6.6.2.5 乙二胺四乙酸二钠溶液:50 g/L。

6.6.2.6 重铬酸钾溶液:50 g/L。

6.6.2.7 碘化钾溶液:200 g/L。

6.6.2.8 硝酸银溶液:20 g/L。

6.6.2.9 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH≈5.9)。

称取 164 g 无水乙酸钠,溶于水,加 7.5 mL 冰醋酸,用水稀释至 1 000 mL,摇匀。

6.6.2.10 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.01 \text{ mol/L}$ 。

将按 HG/T 3696.1 配制和标定的 0.1 mol/L 硫代硫酸钠标准滴定溶液准确稀释 10 倍。

6.6.2.11 甲基红指示液:1 g/L。

6.6.2.12 淀粉指示液:10 g/L。

6.6.3 仪器、设备

多孔恒温水浴:能控制温度 $85 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

6.6.4 分析步骤

称取约 3 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 水,盖上表面皿,滴加盐酸溶液(6.6.2.1)至试料溶解,加热煮沸。取下冷却至室温,将溶液转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤。

用移液管移取 50 mL 滤液,置于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液,加 2 滴甲基红指示液,用氨水溶液调节试验溶液为黄色,再用盐酸溶液(6.6.2.2)调至淡红色刚出现。再加入 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,加水至 100 mL,加热至沸,在搅拌下加入 10 mL 重铬酸钾溶液,盖上表面皿,煮沸 10 min~15 min。将烧杯及内容物置于 $85 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 水浴上保温 1 h,取下,静

置 1 h 以上。

沉淀用慢速滤纸过滤,用乙酸铵溶液洗涤烧杯及沉淀至取 5 mL 滤液加 5 滴硝酸银为无色。

用 15 mL 盐酸溶液(6.6.2.2)溶解滤纸上的沉淀于原烧杯中,再用热水洗涤至 100 mL,冷却。

加入 10 mL 碘化钾溶液,搅拌,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色,加 2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失为终点。

同时做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

6.6.5 结果计算

碳酸钡含量以碳酸钡(BaCO_3)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{c(V-V_0) \times M/3}{1\,000m \times \frac{50}{250}} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V ——滴定试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——碳酸钡(BaCO_3)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=197.33$)。

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 0.05 %。

6.7 钠含量的测定

6.7.1 方法提要

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

6.7.2 试剂

6.7.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.7.2.2 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,用水稀释至 100 mL。该溶液现用现配。

6.7.2.3 钾标准溶液:1 mL 溶液含钾(K)30 mg。

准确称取 57.33 g 氯化钾(优级纯),用水稀释至 1 000 mL,贮于聚乙烯瓶中。

6.7.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钠空心阴极灯。

6.7.4 分析步骤

用移液管各移取 2 mL 试验溶液 A(6.5.4),于四个 100 mL 容量瓶中,分别加入 2 mL 盐酸溶液和 5 mL 钾标准溶液,再分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 钠标准溶液,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,以水调零,测定其吸光度。以钠质量(mg)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,即为试验溶液中钠的质量。

6.7.5 结果计算

钠含量以氧化钠(Na_2O)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 \times 1.348}{1\,000m \times \frac{2}{500}} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

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

m ——试料(6.5.4)的质量的数值,单位为克(g);

1.348——钠换算成氧化钠的系数。

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差值不大于0.03%。

6.8 铁含量的测定

6.8.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 的第3章。

6.8.2 试剂

6.8.2.1 硝酸溶液:1+1;

6.8.2.2 盐酸溶液:1+1;

6.8.2.3 其他同 GB/T 3049—2006 的第4章。

6.8.3 仪器、设备

分光光度计:带有4 cm 或5 cm 的比色皿。

6.8.4 分析步骤

6.8.4.1 工作曲线的绘制

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

6.8.4.2 测定

称取约1 g 试样,精确至0.001 g,置于100 mL 烧杯中,加入少量水润湿,盖上表面皿,滴加5滴硝酸溶液、5 mL 盐酸溶液(6.8.2.2)溶解,加热煮沸,冷却后用中速定性滤纸过滤,用水洗涤,滤液和洗液收集于100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。

用移液管移取50 mL 试验溶液,按 GB/T 3049—2006 第6.4条规定从“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,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

从工作曲线上查出相应的铁的质量,单位为毫克(mg)。

6.8.5 结果计算

铁含量以三氧化二铁(Fe_2O_3)的质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 1.430}{1000m \times \frac{50}{100}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

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);

1.430——铁换算成三氧化二铁的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.001%。

6.9 氯含量的测定

6.9.1 比浊法

6.9.1.1 方法提要

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

6.9.1.2 试剂

6.9.1.2.1 硝酸溶液:1+2;

6.9.1.2.2 硝酸银溶液:17 g/L;

6.9.1.2.3 氯标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液,用水稀释至 100 mL。

6.9.1.3 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 50 mL 水和 5 mL 硝酸溶液,煮沸 5 min,冷却后移至 250 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 25 mL 滤液,置于 50 mL 比色管中,加 5 mL 硝酸溶液、2 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。

标准比浊溶液是移取 1.2 mL 氯标准溶液,置于 50 mL 比色管中,与试验溶液同时同样处理。

6.9.2 分光光度法

6.9.2.1 方法提要

在硝酸介质下,氯离子与硝酸银生成氯化银悬浊液,在 490 nm 波长下,以水为参比,用 3 cm 比色皿测定吸光度,来测定试样中氯含量。

6.9.2.2 试剂

6.9.2.2.1 过氧化氢;

6.9.2.2.2 硝酸溶液:1+2;

6.9.2.2.3 硝酸银溶液:17 g/L;

6.9.2.2.4 丙三醇溶液:1+1;

6.9.2.2.5 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 配制的氯化物标准溶液,用水稀释至 100 mL。该溶液现用现配。

6.9.2.3 仪器、设备

6.9.2.3.1 分光光度计:带有 3 cm 的比色皿;

6.9.2.3.2 电热恒温水浴。

6.9.2.4 分析步骤

6.9.2.4.1 标准曲线的绘制

分别移取氯标准溶液 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、16.00 mL 置于 50 mL 容量瓶中,加入 5 mL 硝酸溶液、4 mL 丙三醇溶液,加水至约 45 mL,再加入 1 mL 硝酸银溶液,加水至刻度,摇匀。置于 $70\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温水浴中保温 20 min。取出容量瓶,流水冷却至室温。在 490 nm 波长下,以水为参比,用 3 cm 比色皿测定吸光度。以氯的质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.9.2.4.2 测定

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 5 mL 过氧化氢,盖上表面皿。滴加硝酸溶液至样品完全溶解,于低温电炉上加热至沸,并保持 5 min,冷却至室温。用慢速滤纸过滤,滤液及洗液收集于 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10 mL 试样溶液,置于 50 mL 容量瓶中,按照 6.9.2.4.1 条从“加入 5 mL 硝酸溶液……”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,其他操作和加入的试剂与试验溶液相同。

从工作曲线上查出相应的氯的质量,单位为毫克(mg)。

6.9.2.5 结果计算

氯含量以氯(Cl)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0)}{1000m \times \frac{10}{100}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

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

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

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 %。

6.10 总硫含量的测定

6.10.1 方法提要

试样中各种价态硫与溴作用,生成硫酸根离子,在微酸性介质中与钡离子生成硫酸钡沉淀。在碱性条件下,用过量的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液溶解硫酸钡并与钡离子生成配合物。过量的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液用氯化镁标准滴定溶液滴定,计算总硫含量。

6.10.2 试剂

6.10.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.10.2.2 氢氧化钠溶液:4 g/L。

6.10.2.3 溴水:室温下饱和水溶液。

6.10.2.4 氯化钡溶液:100 g/L。

6.10.2.5 氨水溶液:1+2。

6.10.2.6 硝酸银溶液:17 g/L。

6.10.2.7 氨-氯化铵缓冲溶液甲:pH≈10。

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

6.10.2.9 氯化镁标准滴定溶液: $c(\text{MgCl}_2)\approx 0.02\text{ mol/L}$ 。

配制:称取 4.20 g 氯化镁,精确至 0.01 g,溶于 1 000 mL 水中,加 1 mL 盐酸溶液(1+1)放置 1 个月,用玻璃砂坩埚(滤板孔径 5 μm ~15 μm)抽滤。

标定:用移液管移取 25 mL 待标定的氯化镁溶液,加 70 mL 水、10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲、适量铬黑 T 指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液(6.10.2.8)滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点。

同时做空白试验,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。

氯化镁标准滴定溶液的浓度 c_2 按式(8)计算:

$$c_2 = \frac{c_1(V_1 - V_2)}{V} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

c_1 ——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);

V_1 ——标定氯化镁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_2 ——滴定空白试验溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——移取氯化镁标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL)。

6.10.2.10 甲基橙指示液:1 g/L。

6.10.2.11 铬黑 T 指示剂。

6.10.3 仪器、设备

6.10.3.1 多孔恒温水浴:能控制温度在 $95\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$;

6.10.3.2 微量滴定管:分度值 0.02 mL。

6.10.4 分析步骤

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,在通风橱中加入 30 mL 水、10 mL 溴水。盖上表面皿,加热煮沸 2 min~3 min,冷却后,滴加 6 mL 盐酸溶液使其溶解。加热煮沸至溴赶尽(溶液无色)为止,冷却,加 3 滴甲基橙指示液,滴加氨水溶液至溶液刚呈黄色为止,加入 1 mL 盐酸溶液,加水至 100 mL,加热至沸,在搅拌下,以细流柱状速度加入 10 mL 热的氯化钡溶液。再加热煮沸 3 min~5 min 后,置于多孔恒温水浴的沸水中保温 2 h。冷却后,用慢速定量滤纸过滤,用水洗到

无氯离子为止(用硝酸银溶液检验)。将带有沉淀的滤纸放入原烧杯中,用移液管加入 15 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液、10 mL 氢氧化钠溶液和 50 mL 水。加热煮沸至沉淀溶解,冷却后,加 10 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲、适量铬黑 T 指示剂,用氯化镁标准滴定溶液滴定至溶液由蓝色变为紫红色为终点。

6.10.5 结果计算

总硫含量以总硫(SO_4)的质量分数 w_8 计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$w_8 = \frac{(c_1 V_1 - c_2 V_2) M}{1000m} \times 100 \quad (9)$$

式中:

c_1 ——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);

V_1 ——加入乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液体积的数值($V_1 = 15$ mL),单位为毫升(mL);

c_2 ——氯化镁标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——滴定消耗氯化镁标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——硫酸根(SO_4)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M = 96.06$)。

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 0.02 %。

6.11 水分的测定

6.11.1 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确定水分。

6.11.2 仪器、设备

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

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

6.11.3 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。

6.11.4 结果计算

水分以质量分数 w_9 计,数值以%表示,按式(10)计算:

$$w_9 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad (10)$$

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 0.02 %。

6.12 氧化铬含量的测定

6.12.1 方法提要

用盐酸羟胺将六价铬还原为三价铬,以氢氧化铝为共沉淀剂进行富集,使铬与铈分离,在空气-乙炔火焰中,用原子吸收分光光度计进行测定。

6.12.2 试剂

6.12.2.1 碳酸钠。

6.12.2.2 硝酸钾。

6.12.2.3 盐酸溶液:1+1。

6.12.2.4 氨水溶液:1+1。

6.12.2.5 盐酸羟胺溶液:50 g/L。

6.12.2.6 氯化铝溶液:20 g/L。

6.12.2.7 硫酸钠溶液:100 g/L。

6.12.2.8 铬标准溶液:1 mL 溶液含铬(Cr)0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铬标准溶液,用水稀释至 100 mL。该溶液现用现配。

6.12.2.9 甲基红指示液:1 g/L。

6.12.3 仪器、设备

6.12.3.1 铂坩埚;

6.12.3.2 原子吸收分光光度计:配有铬空心阴极灯。

6.12.4 分析步骤

6.12.4.1 工作曲线的绘制

于 4 个 100 mL 容量瓶中加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 的铬标准溶液,各加入 1 mL 盐酸羟胺溶液、2 mL 盐酸溶液、10 mL 硫酸钠溶液、5 mL 氯化铝溶液,摇匀,静置 5 min,稀释至刻度。在原子吸收分光光度计上,于波长 357.9 nm,用空气-乙炔火焰,以水调零,测量其吸光度。以铬质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.12.4.2 测定

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 300 mL 烧杯中,加少量水润湿,盖上表面皿,加入 30 mL 盐酸溶液,使试样溶解。加热煮沸 2 min,用中速定量滤纸过滤,用水洗涤 4 次,滤液收集于 300 mL 烧杯中。滤纸及不溶物置于铂金坩埚中低温灰化后,加入 1 g 碳酸钠、0.1 g 硝酸钾,置于高温炉中,于 900 °C 下熔融,灼烧 30 min,取出冷却后,连同坩埚置于 300 mL 烧杯中,加 80 mL 水,加热煮沸至熔块松散,将此溶液与前述溶液合并,加入 5 mL 盐酸羟胺溶液搅拌煮沸,取下后加入 5 mL 氯化铝溶液,加水至约 300 mL,加入 2 滴甲基红指示液,滴加氨水溶液使溶液由红色变为黄色。于电炉上加热至近沸使沉淀凝聚,取下用快速定性滤纸过滤,将沉淀洗涤 2 次~3 次后,连同滤纸一同移入原烧杯中。加入 10 mL 硫酸钠溶液、4 mL 盐酸溶液,加 20 mL 水。加热使沉淀溶解,用中速定性滤纸将溶液过滤于 100 mL 容量瓶中,加入 1 mL 盐酸羟胺溶液,稀释至刻度,摇匀。于原子吸收分光光度计上,与工作曲线相同的试验条件下,测定溶液的吸光度。

同时做空白试验,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。

根据测得的试验溶液和空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出铬的质量。

6.12.5 结果计算

氧化铬含量以氧化铬(Cr_2O_3)的质量分数 w_{10} 计,数值以 % 表示,按式(11)计算:

$$w_{10} = \frac{(m_1 - m_0) \times 1.4615}{1000m} \times 100 \quad \text{..... (11)}$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铬的质量的数值,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);

1.4615——铬换算成三氧化二铬的系数。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的差值不大于 0.0001 %。

6.13 粒度的测定

6.13.1 仪器、设备

6.13.1.1 试验筛:R40/3 系列,附有筛底和筛盖;

6.13.1.2 振筛机。

6.13.2 分析步骤

将试验筛按顺序叠好。称取预先于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥的 100 g 试样,精确至 0.1 g ,置于上层筛中,盖上筛盖,用振筛机振筛 1 min ,按要求分别称量筛上或筛下物的质量,精确至 0.01 g 。

6.13.3 结果计算

粒度以质量分数 w_{11} 计,数值以 % 表示,按式(12)计算:

$$w_{11} = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \text{..... (12)}$$

式中:

m_1 ——试验筛的筛上物或筛下物质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

7 检验规则

7.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

7.1.1 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。

7.1.2 出厂检验

要求中规定的锶钡含量、碳酸锶含量、碳酸钙含量、碳酸钡含量、钠含量、铁含量、氯含量、总硫含量、水分指标为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 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工业碳酸锶为一批,每批产品不超过 60 t 。

7.3 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、型号、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。

7.4 生产厂应保证每批生产的工业碳酸锶产品都符合本标准要求。

7.5 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。

7.6 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。

8 标志、标签

8.1 工业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、型号、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。

8.2 每批出厂的工业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、型号、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。

9 包装、运输、贮存

9.1 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,也可根据用户要求的规格进行包装。

9.2 工业碳酸锶运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮和曝晒。

9.3 工业碳酸锶应贮存于通风、干燥的仓库内。

9.4 工业碳酸锶在符合本标准包装、运输、贮存条件下,自生产之日起保质期不少于 24 个月。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
工 业 碳 酸 锶

HG/T 2969—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:155025·0866

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