

备案号:2778—1999

HG/T 2969—1999

前 言

本标准是对化工行业标准 HG/T 2969—1989(1997)《工业碳酸锶》修订而成。
本标准根据产品用途分为两型:I型用于彩电玻壳;II型用于磁性材料及其他。
本标准与 HG/T 2969—1989(1997)主要技术差异为:
根据产品用途分为两型,取代了原行业标准中的三个等级;
增加了控制铬含量指标;
取消了磷含量、盐酸不溶物含量和堆积密度指标;
粒度指标参数因各用户要求不一,规定为可与用户协商。
本标准生效之日起,同时代替 HG/T 2969—1989(1997)。
本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。
本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会归口。
本标准起草单位:化工部天津化工研究设计院、江苏溧水县化工厂、河南新乡化工一厂。
本标准主要起草人:姚锦娟、廖晓军、吴卫东、郭凤欣、张庆霖。
本标准于 1989 年首次发布为国家标准 GB 10660—1989《工业碳酸锶》,1992 年调整为化工行业标准,1998 年重新编号为 HG/T 2969—1989(1997)。
本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2969—1999

工业碳酸锶

代替 HG/T 2969—1989(1997)

Strontium carbonate for industrial use

1 范围

本标准规定了工业碳酸锶的要求、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。

分子式: SrCO_3

相对分子质量: 147.63(按 1995 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(neq ISO 6685:1982)

GB/T 6003—1985 试验筛

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观:白色粉末或颗粒。

3.2 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。

3.3 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($\text{SrCO}_3 + \text{BaCO}_3$)	≥ 98.0	
碳酸锶(SrCO_3)含量	\geq	95.0
碳酸钙(CaCO_3)含量	≤ 0.5	1.0
碳酸钡(BaCO_3)含量	≤ 2.0	3.0
钠(以 Na_2O 计)含量	≤ 0.3	—
铁(以 Fe_2O_3 计)含量	≤ 0.01	0.01
氯(Cl)含量	≤ 0.12	—
总硫(以 SO_4 计)含量	≤ 0.35	0.45
水分	≤ 0.3	0.5
氧化铬(Cr_2O_3)含量	≤ 0.0005	—
粒度	协商	

4 试验方法

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—92 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 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

安全提示:本标准所用强酸碱均具有腐蚀性,使用者应小心操作,避免溅到皮肤上!

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

4.1.1 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。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.1.2.2 氨水溶液:1+1。

4.1.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液甲: $\text{pH}\approx 10$ 。

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

配制:量取等体积的乙二胺四乙酸二钠溶液 [$c(\text{EDTA})$ 约为 0.1 mol/L 溶液] 和氯化镁溶液 [$c(\text{MgCl}_2)$ 约为 0.1 mol/L 溶液] 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。

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

4.1.2.6 甲基红指示液:1 g/L。

4.1.2.7 铬黑 T 指示剂。

4.1.3 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:在 250 mL 烧杯中,加少量水、3 mL 盐酸溶液、1 滴甲基红指示液。以下同上述,从“…用氨水溶液中和…”开始进行操作。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的碳酸锶含量(SrCO_3)(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{c(V - V_0) \times 0.1476 \times 100}{m \times \frac{50}{500}} - (1.475 X_3 + 0.7480 X_4) \\ = \frac{147.6 \times c(V - V_0)}{m} - (1.475 X_3 + 0.7480 X_4) \quad \dots\dots\dots(1)$$

以质量百分数表示的锶钡含量($\text{SrCO}_3 + \text{BaCO}_3$)(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = X_1 + X_4 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定试验溶液消耗乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——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, mL;

m ——试料的质量, g;

0.1476——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的碳酸锶的质量;

1.475——碳酸钙换算成碳酸锶系数;

0.7480——碳酸钡换算成碳酸锶系数;

X_3 ——由 4.2 条测得碳酸钙含量;

X_4 ——由 4.3 条测得的碳酸钡含量。

4.1.5 允许差

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%。

4.2 碳酸钙含量的测定

4.2.1 方法提要

试料用盐酸溶解,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。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 盐酸溶液:1+1;

4.2.2.2 钙标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mg Ca。

4.2.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钙空心阴极灯。

4.2.4 分析步骤

称取约 4 g 试样(精确至 0.01 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(Ⅱ型取 5 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, 4.00 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,于波长 422.7 nm 处,用空气-乙炔火焰,以水调零,测量各溶液的吸光度。以钙含量为横坐标,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含量。

4.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的碳酸钙(CaCO_3)含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3} \times 2.497}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——由工作曲线上查出试验溶液中钙含量,mg;

m ——移取试验溶液 A 中所含试料的质量,g;

2.497——钙换算为碳酸钙的系数。

4.2.6 允许差

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 0.08%。

4.3 碳酸钡含量的测定

4.3.1 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。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.3.2.2 盐酸溶液:1+4。

4.3.2.3 氨水溶液:1+1。

4.3.2.4 乙酸铵溶液:10 g/L。

4.3.2.5 乙二胺四乙酸二钠溶液:50 g/L。

4.3.2.6 重铬酸钾溶液:50 g/L。

4.3.2.7 碘化钾溶液:200 g/L。

4.3.2.8 硝酸银溶液:20 g/L。

4.3.2.9 乙酸-乙酸钠缓冲溶液(pH 约 5.9)。

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

4.3.2.10 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 GB/T 601 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。

4.3.2.11 甲基红指示液:1 g/L。

4.3.2.12 淀粉指示液:10 g/L。

4.3.3 仪器、设备

多孔恒温水浴:能控制温度 80 °C~90 °C。

4.3.4 分析步骤

称取约 3 g 试样(精确至 0.001 g)。置于 250 mL 烧杯中,加入 20 mL 水,盖上表面皿,滴加 1+1 盐酸溶液至试料溶解,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,加入 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 1+4 盐酸溶液调至淡红色刚出现。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 80 °C~90 °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 1+4 盐酸溶液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。

同时作空白试验。

4.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的碳酸钡(BaCO_3)含量(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{c(V - V_0) \times 0.06578}{m \times \frac{50}{250}} \times 100 = \frac{32.89 c(V - V_0)}{m} \dots\dots\dots(4)$$

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, mL;

V_0 ——滴定空白试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.06578——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的碳酸钡的质量。

4.3.6 允许差

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 0.05%。

4.4 钠含量的测定

4.4.1 方法提要

在原子吸收分光光度计上, 于 330.3 nm 处, 采用标准加入法测定试样中钠含量。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 盐酸溶液: 1+1。

4.4.2.2 钠标准溶液: 1 mL 溶液含 0.1 mgNa。

4.4.2.3 钾标准溶液: 1 mL 溶液含 30 mg K。

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。

4.4.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计: 配有钠空心阴极灯。

4.4.4 分析步骤

用移液管各移取 50 mL 试验溶液 A, 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, 5.00 mL, 10.00 mL, 20.00 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 330.3 nm 处, 用空气-乙炔火焰, 以水调零, 测定其吸光度。

以钠含量为横坐标, 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, 即为试验溶液中钠含量。

4.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的钠(以 Na_2O 计)含量(X_5)按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m_1 \times 10^{-3} \times 1.35}{m} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中的钠含量, mg;

m ——移取试验溶液 A 中所含试料的质量, g;

1.35——钠换算为氧化钠的系数。

4.4.6 允许差

取两次测定结果的平均值为测定结果。平行测定结果之差不得大于 0.03%。

4.5 铁含量测定

4.5.1 方法提要

按 GB/T 3049—1986 第 2 章。

4.5.2 试剂和材料

按 GB/T 3049—1986 第 3 章和硝酸溶液: 1+1。

4.5.3 仪器、设备

按 GB/T 3049—1986 第 4 章。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 中 5.3 规定,使用 3 cm 的吸收池及相应的铁标准溶液,绘制工作曲线。

4.5.4.2 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样(精确至 0.001 g),置于 100 mL 烧杯中,加少量水润湿,盖上表面皿,滴加 5 滴硝酸溶液,5 mL 1+1 盐酸溶液溶解,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,置于 100 mL 烧杯中,用 1+8 氨水和 1+3 盐酸溶液调节试液的 pH 值为 2~3(用精密 pH 试纸检验)。

4.5.4.3 空白试验溶液的制备

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

4.5.4.4 测定

将试验溶液和空白试验溶液按 GB/T 3049—1986 中 5.4 规定,从“必要时,加水至 60 mL”开始,至“测量试液和试剂空白溶液的吸光度”为止。

选用 3 cm 吸收池,按 GB/T 3049—1986 中 5.4 规定测量吸光度,根据工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量。

4.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(以 Fe_2O_3 计)含量(X_6)按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{(m_1 - m_2) \times 1.43 \times 10^{-3}}{m \times \frac{50}{100}} \times 100 = \frac{0.286 (m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中: m_1 ——试验溶液中铁的质量,mg;

m_2 ——空白试验溶液中铁的质量,mg;

m ——试料的质量,g;

1.43——铁换算为三氧化二铁的系数。

4.5.6 允许差

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 0.001%。

4.6 氯含量的测定

4.6.1 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。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 硝酸溶液:1+2;

4.6.2.2 硝酸银溶液:20 g/L;

4.6.2.3 氯标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1mg Cl。

4.6.3 分析步骤

称取(1.00±0.01) 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。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、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,其产生的浊度不得深于标准。

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。

4.7 总硫含量的测定

4.7.1 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络合物。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。

4.7.2 试剂和材料

4.7.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.7.2.2 氢氧化钠溶液:4 g/L。

4.7.2.3 溴水:室温下饱和水溶液。

4.7.2.4 氯化钡溶液:100 g/L。

4.7.2.5 氨水溶液:1+2。

4.7.2.6 硝酸银溶液:20 g/L。

4.7.2.7 氨-氯化铵缓冲溶液甲:pH≈10。

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

4.7.2.9 氯化镁标准滴定溶液: $c(\text{MgCl}_2)$ 约0.02 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 1+1盐酸溶液。放置1个月,用坩埚式过滤器(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滴定至溶液由紫红色变为纯蓝色为终点。

同时作空白试验。

氯化镁标准滴定溶液的浓度 c_2 按式(7)计算:

$$c_2 = \frac{c_1(V_1 - V_2)}{V} \dots\dots\dots(7)$$

式中: c_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——标定所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积, 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, mL;

V ——移取氯化镁标准滴定溶液的体积, mL。

4.7.2.10 甲基橙指示液,1g/L。

4.7.2.11 铬黑T指示剂。

4.7.3 仪器、设备

4.7.3.1 多孔恒温水浴:能控制温度在95 $^{\circ}\text{C}$ ~100 $^{\circ}\text{C}$;

4.7.3.2 微量滴定管:分度值0.02 mL。

4.7.4 分析步骤

称取约2 g试样(精确至0.001 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。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。

4.7.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的总硫(以 SO_4 计)含量(X_7)按式(8)计算:

$$X_7 = \frac{(c_1 V_1 - c_2 V_2) \times 0.096\ 06}{m} \times 100 = \frac{9.606 (c_1 V_1 - c_2 V_2)}{m} \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中： c_1 ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_1 ——加入乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积，mL；

c_2 ——氯化镁标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_2 ——滴定消耗氯化镁标准滴定溶液的体积，mL；

m ——试料的质量，g；

0.096 06——与 1.00 mL 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA}) = 1.000\ \text{mol/L}$] 相当的以克表示的硫酸银的质量。

4.7.6 允许差

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%。

4.8 水分的测定

4.8.1 方法提要

试样在 105℃～110℃ 条件下进行干燥，由试样减少的质量计算出水分。

4.8.2 分析步骤

称取约 10 g 试样(精确至 0.000 2 g)，置于已预先于 105℃～110℃ 下干燥至恒重的称量瓶中。于 105℃～110℃ 下干燥至恒重。

4.8.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分(X_8)按式(9)计算：

$$X_8 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中： m_1 ——干燥前试料和称量瓶的质量，g；

m_2 ——干燥后试料和称量瓶的质量，g；

m ——试料的质量，g。

4.8.4 允许差

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%。

4.9 铬含量的测定

4.9.1 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，使铬与锑分离，在空气-乙炔火焰中，用原子吸收分光光度计进行测定。

4.9.2 试剂和材料

4.9.2.1 碳酸钠。

4.9.2.2 硝酸钾。

4.9.2.3 盐酸溶液：1+1。

4.9.2.4 氨水溶液：1+1。

4.9.2.5 盐酸羟胺溶液：50 g/L。

4.9.2.6 氯化铝溶液：20 g/L。

4.9.2.7 硫酸钠溶液：100 g/L。

4.9.2.8 铬标准溶液：1 mL 溶液含 0.01 mg Cr。

用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的铬标准溶液，用水稀释至 100 mL。该溶液使用前配制。

4.9.2.9 甲基红指示液：1 g/L。

4.9.3 仪器、设备

4.9.3.1 铂坩埚；

4.9.3.2 原子吸收分光光度计:配有铬空心阴极灯。

4.9.4 分析步骤

4.9.4.1 工作曲线的绘制

于4个100 mL容量瓶中加入0.00 mL,5.00 mL,10.00 mL,20.00 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。以铬含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

4.9.4.2 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,使试料溶解。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2~3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。

4.9.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化铬(Cr_2O_3)含量(X_9)按式(10)计算:

$$X_9 = \frac{m_1 \times 1.4615 \times 10^{-6}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中: m_1 ——根据试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出的试验溶液中的铬含量, μg ;

m ——试料的质量,g;

1.4615——铬换算为三氧化二铬的系数。

4.9.6 允许差

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0.0001%。

4.10 粒度的测定

4.10.1 仪器、设备

4.10.1.1 试验筛:R40/3系列,附有筛底和筛盖;

4.10.1.2 震筛机。

4.10.2 分析步骤

将试验筛按顺序叠好。称取预先于105°C~120°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,用震筛机震筛1 min,按要求分别称量筛上或筛下物的质量(精确至0.01 g)。

4.10.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的筛上物或筛下物(X_{10})按式(11)计算:

$$X_{10} = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中: m_1 ——试验筛的筛上物或筛下物的质量,g;

m ——试料的质量,g。

4.10.4 允许差

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用户协商规定。

5 检验规则

- 5.1 本标准要求中的所有十项指标项目为型式检验项目,其中锶钡含量、碳酸钙含量、碳酸钡含量、钠含量、铁含量、氯含量、总硫含量、水分和粒度为常规检验项目。
- 5.2 每批产品不超过 60 t。
- 5.3 按 GB/T 6678—1986 中 6.6 规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 1 000 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、型号、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存三个月备查。
- 5.4 工业碳酸锶由生产厂的质量监督检验部门按本标准规定进行检验。生产厂应保证每批出厂产品均符合本标准要求。
- 5.5 检验结果如有一项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,复验结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。
- 5.6 按 GB/T 1250 中 5.2 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、标签

- 6.1 工业碳酸锶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、商标、型号、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 191 中规定的“怕湿”标志。
- 6.2 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、商标、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。

7 包装、运输、贮存

- 7.1 工业碳酸锶采用 2 种包装方式。
- 7.1.1 塑料编织袋包装:内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度为 0.03 mm~0.05 mm;外包装采用塑料编织袋。每袋净含量 25 kg、50 kg、500 kg、800 kg 和 1 000 kg。
- 7.1.2 复合编织袋包装:内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度为 0.03 mm~0.05 mm;外包装采用复合编织袋。每袋净含量 25 kg、50 kg、500 kg、800 kg、1 000 kg。
- 7.2 工业碳酸锶采用塑料编织袋或复合编织袋包装时,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;外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边,在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。
- 7.3 工业碳酸锶在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋,受潮。
- 7.4 工业碳酸锶应贮存于干燥阴凉处,防止雨淋,受潮。防止受重压。