

ICS 71.060.30

G 11

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

高纯硼酸

High-purity boric acid

(征求意见稿)

2018 - XX - XX 发布

2018 - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC63）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

高纯硼酸

警告：按危险化学品名录（2015版）的规定，硼酸属危险化学品，操作时应小心谨慎。本文件中所使用的部分试剂具有腐蚀性，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。使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了高纯硼酸的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本文件适用于高纯硼酸。

注：该产品主要用于核工业，还用作光学玻璃、电容器、硼酸铁锂正极材料添加剂及生产其他硼化合物等的原料。

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 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 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

GB/T 12684—2018 工业硼化物 分析方法

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第3部分：试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式： H_3BO_3

相对分子质量：61.83（按2022年国际相对原子质量）

4 类型

高纯硼酸按用途分为3类：

- I 类：主要用于核工业；
- II 类：主要用于生产光学玻璃；
- III 类：主要用于电子工业等。

5 要求

5.1 外观：白色粉末状结晶或带光泽结晶。

5.2 高纯硼酸按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标		
	I 类	II 类	II 类
硼酸 (H_3BO_3) w/% \geq	99.9	99.9	99.9
水分	—	0.2	—
水不溶物 w/% \leq	0.005	0.005	—
硫酸盐 (以 SO_4 计) / (mg/kg) \leq	3	400	400
氟化物 (以 F 计) / (mg/kg) \leq	2	—	2
氯化物 (以 Cl 计) / (mg/kg) \leq	1	10	100
磷酸盐 (以 PO_4 计) / (mg/kg) \leq	5	—	10
钠 (Na) / (mg/kg) \leq	5	—	—
铁 (Fe) / (mg/kg) \leq	2	0.7	10
钙 (Ca) / (mg/kg) \leq	5	—	10
镁 (Mg) / (mg/kg) \leq	5	—	10
铝 (Al) / (mg/kg) \leq	5	—	—
钴 (Co) / (mg/kg) \leq	—	1	—
镍 (Ni) / (mg/kg) \leq	—	1	—
铜 (Cu) / (mg/kg) \leq	—	1	—
铬 (Cr) / (mg/kg) \leq	—	1	—
锰 (Mn) / (mg/kg) \leq	—	1	—
硅 (以 SiO_2 计) / (mg/kg) \leq	10	—	—
砷 (As) / (mg/kg) \leq	2	—	2
重金属 (以 Pb 计) / (mg/kg) \leq	2	—	10
硼 ($^{10}\text{B}/^{11}\text{B}$) 丰度比 \geq	0.244	—	—

6 试验方法

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其它要求时，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，在没有注明其它规定时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

6.2 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。

6.3 硼酸含量的测定

按 GB/T 12684—2018 中 3.2 规定的方法进行测定。

6.4 水分的测定

6.4.1 仪器设备

电热恒温干燥箱：温度能控制在 $65\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.4.2 试验步骤

称取约 1 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于预先干燥至质量恒定的称量瓶中，于 $65\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.4.3 试验数据处理

水分以质量分数 w_1 计，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——干燥后试料的质量的数值，单位为克（g）；

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 %。

6.5 水不溶物含量的测定

按 GB/T 12684—2018 中 3.3 规定的方法进行测定。

6.6 硫酸盐含量、氟化物含量、氯化物含量、磷酸盐含量的测定

6.6.1 原理

试样溶解后，试验溶液中的待测阴离子经阴离子色谱柱交换分离，用抑制型电导检测器检测，根据保留时间定性，以峰高或峰面积定量。

6.6.2 试剂或材料

6.6.2.1 氟化物、氯化物、硫酸盐、磷酸盐混合标准溶液：1 mL 溶液含氟（F）、氯化物（Cl）、硫酸盐（SO₄）、磷酸盐（PO₄）0.010 mg。

用移液管（枪）分别移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制或市售的氟化物、氯化物、硫酸盐、磷酸盐标准储备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.6.2.2 水：电导率（25 ℃）不大于 0.005 5 mS/m。

6.6.3 仪器设备

6.6.3.1 离子色谱仪，配备如下：

- a) 色谱柱：阴离子分离柱和阴离子保护柱。待测阴离子的分离度不低于 1.5。
- b) 淋洗液泵。
- c) 阴离子抑制器。
- d) 电导检测器。
- e) 数据处理系统。

6.6.3.2 水性微孔滤膜：孔径不大于 0.45 μm。

6.6.3.3 移液枪及枪头：20 μL~200 μL、100 μL~1000 μL 和 0.5 mL~5 mL。

6.6.3.4 容量瓶：容积为 100 mL，材质为塑料。

6.6.4 试验步骤

6.6.4.1 工作曲线的绘制

用移液管（枪）分别移取 0 mL、0.10 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.00 mL、2.00 mL 氟化物、氯化物、硫酸盐、磷酸盐混合标准溶液，置于 6 个 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。标准系列溶液中阴离子的质量浓度分别为：0 μg/L、10 μg/L、20 μg/L、50 μg/L、100 μg/L、200 μg/L。

将离子色谱仪调整至最佳工作状态（推荐的操作条件参见附录 A），将标准系列溶液按质量浓度由低至高的顺序依次经过水性微孔滤膜，弃去初始的 10 mL 滤液，注入离子色谱仪，记录峰高或峰面积。以待测阴离子的质量浓度为横坐标、对应的峰高或峰面积为纵坐标，绘制工作曲线。

6.6.4.2 试样溶液的制备

称取约 0.5 g 试样（精确至 0.01 g），置于 50 mL 烧杯中，加入适量水溶解，完全转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.6.4.3 测定

将试验溶液依次经过水性微孔滤膜，弃去初始 10 mL 滤液，注入离子色谱仪，记录峰高或峰面积。根据峰高或峰面积，从工作曲线上得到试验溶液中待测阴离子的质量浓度。

6.6.5 试验数据处理

各阴离子的质量分数以 w_{2i} 计，数值以 mg/kg 表示，按公式（2）计算：

$$w_{2i} = \frac{\rho_i \times 0.10}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ_i ——从工作曲线上查得的试验溶液中各阴离子浓度的数值，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

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相对偏差值应不大于50 %。

6.7 硫酸盐含量的测定

称取约1 g试样（Ⅱ类、Ⅲ类，精确至0.01 g），按照GB/T 12684—2018中3.4规定的方法进行测定。

6.8 钠、铁、钙、镁、铝、钴、镍、铜、铬、锰、二氧化硅含量的测定

6.8.1 原理

6.8.1.1 原理

试样溶解后，使用电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES），采用标准加入法测定试样中各阳离子含量。

6.8.2 试剂或材料

6.8.2.1 硝酸溶液：1+1。

使用优级纯试剂配制。

6.8.2.2 钠、铁、钙、镁、铝混合标准溶液：1 mL 溶液含钠（Na）、铁（Fe）、钙（Ca）、镁（Mg）、铝（Al）0.050 mg。

用移液管（枪）各移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制或市售的钠、铁、钙、镁、铝标准贮备溶液，置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.8.2.3 铁、钴、镍、铜、铬、锰混合标准溶液：1 mL 溶液含铁（Fe）、钴（Co）、镍（Ni）、铜（Cu）、铬（Cr）、锰（Mn）0.050 mg。

用移液管（枪）各移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制或市售的铁、钴、镍、铜、铬、锰标准贮备溶液，置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.8.2.4 二氧化硅标准溶液：1 mL 溶液含二氧化硅（ SiO_2 ）0.050 mg。

用移液管（枪）各移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制或市售的二氧化硅标准贮备溶液，置于 100 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.8.2.5 钠、铁、钙、镁、铝混合标准使用溶液：1 mL 溶液中含钠（Na）、铁（Fe）、钙（Ca）、镁（Mg）、铝（Al）0.005 mg。

用移液管（枪）各移取 5 mL 的钠、铁、钙、镁、铝混合标准溶液，置于同一 50 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。现用现配。

6.8.2.6 铁、钴、镍、铜、铬、锰混合标准使用溶液：1 mL 溶液含铁（Fe）、钴（Co）、镍（Ni）、铜（Cu）、铬（Cr）、锰（Mn）0.005 mg。

用移液管（枪）各移取 5 mL 铁、钴、镍、铜、铬、锰标准溶液，置于同一 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.8.2.7 二氧化硅标准使用溶液：1 mL 溶液含二氧化硅（ SiO_2 ）0.0050 mg。

用移液管（枪）移取 5 mL 二氧化硅标准溶液，置于 100 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.8.2.8 水：电导率（25℃）不大于 0.005 5 mS/m 的去离子水。

6.8.3 仪器设备

6.8.3.1 电感耦合等离子发射光谱仪（ICP-OES）。

6.8.4 试验步骤

6.8.4.1 钠、铁、钙、镁、铝混合标准系列溶液的制备

称取5份1.250 g试样（精确至0.000 2 g），分别置于5个50 mL烧杯中，加入约30 mL水，于电热板上低温加热至试样完全溶解，冷却后分别转移至5个50 mL塑料容量瓶。

分别用移液枪（管）准确加入0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL钠、铁、钙、镁、铝混合标准使用溶液，分别加入2 mL硝酸溶液，用水稀释至刻度、摇匀。标准系列中加入的各元素的质量浓度分别为：0 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.25 mg/L、0.50 mg/L。

6.8.4.2 铁、钴、镍、铜、铬、锰混合标准系列溶液的制备

称取5份1.250 g试样（精确至0.000 2 g），分别置于5个50 mL烧杯中，加入约30 mL水，于电热板上低温加热至试样完全溶解，冷却后分别转移至5个50 mL容量瓶。

于5个50 mL容量瓶中分别用移液管（枪）准确加入0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL铁、钴、镍、铜、铬、锰混合标准使用溶液，分别加入2 mL硝酸溶液，用水稀释至刻度、摇匀。标准系列中加入的各元素的质量浓度为：0 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.25 mg/L、0.50 mg/L。

6.8.4.3 二氧化硅标准溶液的制备

称取5份1.250 g试样（精确至0.000 2 g），分别置于5个50 mL烧杯中，加入约30 mL水，于电热板上低温加热至试样完全溶解，冷却后分别转移至5个50 mL容量瓶。

于5个50 mL容量瓶中分别用移液管（枪）准确加入0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL二氧化硅标准使用溶液，分别加入2 mL硝酸溶液，用水稀释至刻度、摇匀。标准系列中加入的各元素的质量浓度为：0 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.25 mg/L、0.50 mg/L。

6.8.4.4 试验

在仪器最佳的测定条件下，推荐的分析谱线见表3，以水为空白，按浓度由低至高的顺序对混合元素标准系列溶液进行测定，分别以被测各阳离子浓度为横坐标，对应的光谱强度为纵坐标绘制工作曲线。曲线反向延长线与横坐标相交处即为待测阳离子的质量浓度（mg/L）。

表 2

元素	分析谱线波长/nm	元素	分析谱线波长/nm
钠	589.592	钴	228.892
铁	259.940	镍	231.604
钙	396.840	铜	327.396
镁	280.270	铬	267.716
铝	396.152	锰	259.372
二氧化硅	251.611		

6.8.5 试验数据处理

各阳离子含量以质量分数 w_{3i} 计，数值以mg/kg表示，按公式（3）计算：

$$w_{3i} = \frac{\rho_i \times 0.05}{m/1000} \dots\dots\dots (3)$$

式中：
 ρ_i ——由工作曲线上查得试验溶液中各被测阳离子浓度的数值，单位为微克每升（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相对偏差值应不大于50 %。

6.9 砷含量

按GB/T 12684—2018中3.8规定的方法进行测定。

6.10 硼丰度比

按GB/T 12684—2018中3.11规定的方法进行测定。

7 检验规则

- 7.1 本标准要求中的所有指标项目均为出厂检验项目，应逐批检验。
- 7.2 生产厂用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的同一类别的高纯硼酸为一批。每批产品不超过 50 t。
- 7.3 按照 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四分之三处采样。将所采的样品混匀，用四分法缩分至约 500 g，分装入两个干燥、清洁的广口瓶、聚乙烯瓶或聚乙烯袋中，密封。粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、类别、批号、采样日期，采样者姓名。一瓶（或袋）用于检验，另一瓶（或袋）保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。
- 7.4 检验结果中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要求，则整批产品为不合格。

7.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判断检验结果是否符合标准。

8 标志及随行文件

8.1 高纯硼酸包装袋上要有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、净含量、批号（或生产日期）、本标准编号及 GB/T 191—2008 的第 2 章中规定的“怕雨”“怕晒”标志。

8.2 每批出厂的高纯硼酸都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、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、运输和贮存

9.1 高纯硼酸采用双层包装，内袋为聚乙烯塑料薄膜袋，用维尼龙绳或其它质量相当的绳扎紧，或用与其相当的其它方式封口。外袋为塑料编织袋，或采用覆膜塑料编织袋、防潮复合纸袋单层包装，用维尼龙绳线或其它质量相当的线缝口，缝线整齐，针距均匀，无漏缝或跳线现象。如需特殊包装，供需双方另行协商。每袋净含量 25 kg 或 50 kg。或根据用户要求确定包装方式和净含量。

9.2 高纯硼酸在运输过程中应防潮、防雨、防晒，并不得与酸性、易燃物、氧化剂和食品、饲料类货物混运。

9.3 高纯硼酸应贮存于阴凉、干燥的库房中、不得与氧化剂、强碱及碱金属同贮。

附 录 A
(资料性附录)
推荐的离子色谱仪操作条件

推荐的离子色谱仪操作条件见表A.1。

表 A.1 推荐的离子色谱仪操作条件

项 目	控制条件
色谱柱	填料为聚苯乙烯/二乙烯基苯共聚物
淋洗液	15 mmol/L Na ₂ CO ₃ +1.5 mmol/L NaHCO ₃ 溶液
淋洗液流速	0.7 mL/min
柱温	40 ℃
进样体积	20 μL