

HG

中华人民共和国化工行业标准

XX/T 2969—XXXX

代替 HG/T 2969-2010

工业碳酸锶

Strontium carbonate for industrial use

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—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。

本文件代替HG/T 2969—2010《工业碳酸锶》，与HG/T 2969—2010相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改项目“水分”为“干燥减量”、“氯(Cl)”为“氯化物(以Cl计)”（见6.2，2010年版的5.2）；
- 修改了碳酸钡、总硫指标（见6.2，2010年版的5.2）；
- 更改项目“钠(以Na<sub>2</sub>O计)”、“铁(以Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>计)”及“氧化铬(Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)”分别为“钠(Na)”、“铁(Fe)”及“铬(Cr)”，并修改了指标（见6.2，2010年版的5.2）；
- 碳酸钡的试验方法增加原子吸收分光光度计法和电感耦合等离子体发射光谱仪法（见7.6.2、7.8）；
- 碳酸钙、钠的试验方法增加电感耦合等离子体发射光谱仪法（见7.8）；
- 删除“粒度”项目、试验方法（2010年版的5.2、6.13）；
- 更改了批量（见8.2，2010年版的7.2）。

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无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：重庆大足红蝶锶业有限责任公司、南京金焰锶业有限公司、河北辛集化工集团有限责任公司、深州嘉信化工有限责任公司、重庆庆龙精细锶盐化工有限公司、山东信科环化有限责任公司、中海油天津化工研究设计院有限公司等。

本文件主要起草人：陈仲、邱为农、于之贺、孙跃宗、赵鹏兴、王经镇、汪吉亮、张康兵、李兰英、曹立强、钟鸣、弓创周、丁灵、安晓英。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

- HG/T 2969—1989（1997）首次发布、HG/T 2969—1999、HG/T 2969—2010；
- 本次为第三次修订。

# 工业碳酸锶

## 1 范围

本文件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。

本文件适用于工业碳酸锶。

注：该产品主要用作彩色显像管玻壳、特种玻璃、磁性材料、陶瓷、发光材料、焰火、冶金及其它锶盐的原料等。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 3049 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

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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 分子式和相对分子质量

分子式： $\text{SrCO}_3$

相对分子质量：147.63（按2018年国际相对原子质量）

## 5 分型

工业碳酸锶分为两种型号，I型用于彩色显像管玻壳、特种玻璃，II型用于磁性材料、发光材料及其他。

## 6 要求

6.1 外观：为白色粉末或颗粒。

6.2 工业碳酸锶按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1 技术要求

项 目		指标	
		I 型	II 型
锶钡含量 ( $\text{SrCO}_3+\text{BaCO}_3$ ) w/%	$\geq$	98.0	——
碳酸锶 ( $\text{SrCO}_3$ ) w/%	$\geq$	——	96.0
干燥减量 w/%	$\leq$	0.3	0.5
碳酸钙 ( $\text{CaCO}_3$ ) w/%	$\leq$	0.5	0.5
碳酸钡 ( $\text{BaCO}_3$ ) w/%	$\leq$	1.5	2.0
钠 (Na) w/%	$\leq$	0.25	——
铁 (Fe) w/%	$\leq$	0.005	0.005
铬 (Cr) w/%	$\leq$	0.000 3	——
氯化物 (以 Cl 计) w/%	$\leq$	0.12	——
总硫 (以 $\text{SO}_4$ 计) w/%	$\leq$	0.30	0.40

## 7 试验方法

警示：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！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

### 7.1 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。

### 7.2 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。

### 7.3 锶钡含量、碳酸锶含量的测定

#### 7.3.1 原理

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

#### 7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.3.2.2 氨水溶液：1+1。

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

7.3.2.4 乙二胺四乙酸二钠-氯化镁溶液： $c(\text{EDTA-MgCl}_2) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ ，用移液管移取等体积的乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液 [ $c(\text{EDTA}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$  溶液] 和氯化镁标准滴定溶液 [ $c(\text{MgCl}_2) \approx 0.1 \text{ mol/L}$  溶液] 混合均匀后，用移液管移取 25 mL 溶液，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（EDTA）标准滴定溶液或氯化镁标准滴定溶液滴定至呈纯蓝色或紫色即为终点，其消耗量应不大于 0.05 mL。

7.3.2.5 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

7.3.2.6 甲基红指示液（1 g/L）。

7.3.2.7 铬黑 T 指示剂。

### 7.3.3 试验步骤

称取约 1 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 烧杯中，加少量水湿润。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（1 g/L），用氨水溶液调至溶液刚呈黄色为止。全部转移至 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（ $\text{pH} \approx 10$ ）、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（EDTA）标准滴定溶液滴定至溶液呈纯蓝色为终点。

同时同样做空白试验，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。

### 7.3.4 试验数据处理

碳酸锶含量以碳酸锶（ $\text{SrCO}_3$ ）的质量分数  $w_1$  计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V_0 - V_1)cM \times 10^{-3}}{m \times (50/500)} \times 100\% - (1.475w_4 + 0.7481w_5) \quad (1)$$

锶钡含量以碳酸锶和碳酸钡（ $\text{SrCO}_3 + \text{BaCO}_3$ ）质量分数的合  $w_2$  计，按公式（2）计算：

$$w_2 = w_1 + w_5 \quad (2)$$

式中：

$V$ ——滴定试验溶液消耗乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——滴定空白试验溶液消耗乙二胺四乙酸二钠（EDTA）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（EDTA）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（ $\text{SrCO}_3$ ）摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=147.63$ ）；

1.476——碳酸钙换算成碳酸锶的系数；

0.7481——碳酸钡换算成碳酸锶的系数；

$w_4$ ——由 7.5 条测得碳酸钙的质量分数；

$w_5$ ——由 7.6 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 %。

## 7.4 干燥减量的测定

### 7.4.1 原理

试样在  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定，根据干燥前后试样减少的质量，确定干燥减量。

### 7.4.2 仪器设备

7.4.2.1 称量瓶： $\Phi 50\text{ mm}\times 30\text{ mm}$ 。

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

### 7.4.3 试验步骤

用已于  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  下干燥至质量恒定的称量瓶，称取约  $10\text{ g}$  试样，精确至  $0.01\text{ g}$ ，置于电热恒温干燥箱中，在  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  下干燥至质量恒定。

### 7.4.4 试验数据处理

干燥减量以质量分数  $w_3$  计，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_1$ ——干燥前试样和称量瓶质量的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——干燥后试样和称量瓶质量的数值，单位为克（g）；

$m$ ——试样质量的数值，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  $0.02\%$ 。

## 7.5 碳酸钙含量的测定

### 7.5.1 原理

用盐酸溶解试样，在原子吸收分光光度计上，使用空气—乙炔火焰，于  $422.7\text{ nm}$  处，用标准加入法测定试样中钙含量，再折合成碳酸钙含量。

### 7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.5.2.2 钙（Ca）标准溶液：1 mL 溶液含钙（Ca） $0.1\text{ mg}$ ，用移液管移取  $10\text{ mL}$  按 HG/T 3696.2 要求配制的钙（Ca）标准溶液，置于  $100\text{ mL}$  容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.5.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水。

### 7.5.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有钙空心阴极灯。

### 7.5.4 试验步骤

#### 7.5.4.1 试验溶液 A 的制备

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 盐酸溶液使其溶解，加热煮沸 2 min，冷却后，全部转移至 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，此溶液为试验溶液 A，用于碳酸钙、碳酸钡和钠含量的测定。

#### 7.5.4.2 试验

在 6 个 100 mL 容量瓶中用移液管分别加 10 mL 试验溶液 A、2 mL 盐酸溶液，再分别加 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、4.00 mL 钙（Ca）标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件，使用空气-乙炔火焰，于波长 422.7 nm 处，用水调零，测量吸光度。以钙（Ca）质量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，将工作曲线反向延长与横坐标相交处，即为试验溶液中钙（Ca）的质量。

#### 7.5.5 试验数据处理

碳酸钙含量以碳酸钙（CaCO<sub>3</sub>）的质量分数  $w_4$  计，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 \times 2.496 \times 10^{-3}}{m \times (10/500)} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查出试验溶液中钙质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$ ——试料质量的数值，单位为克（g）；

2.496——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算术平均值的 10 %。

### 7.6 碳酸钡含量的测定

#### 7.6.1 硫代硫酸钠滴定法

##### 7.6.1.1 原理

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。

##### 7.6.1.2 试剂或材料

7.6.1.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.6.1.2.2 盐酸溶液：1+4。

7.6.1.2.3 氨水溶液：1+1。

7.6.1.2.4 乙酸铵溶液：10 g/L。

7.6.1.2.5 乙二胺四乙酸二钠溶液：50 g/L。

7.6.1.2.6 重铬酸钾溶液：50 g/L。

7.6.1.2.7 碘化钾溶液：200 g/L。

7.6.1.2.8 硝酸银溶液（17 g/L）。

7.6.1.2.9 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 冰乙酸，

用水稀释至 1000 mL，摇匀。

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

7.6.1.2.11 甲基红指示液（1 g/L）。

7.6.1.2.12 淀粉指示液（10 g/L）。

### 7.6.1.3 仪器设备

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

### 7.6.1.4 试验步骤

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（7.6.1.2.1）至试样溶解，加热煮沸，冷却至室温，全部转移至 250 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 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（1 g/L），用氨水溶液调节试验溶液为黄色，再用盐酸溶液（7.6.1.2.2）调至淡红色刚出现。再加 10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液（ $\text{pH} \approx 5.9$ ），加水至 100 mL，加热至沸，在搅拌下加 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  $85^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$  水浴上保温 1 h，取下，静置 1 h 以上。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。

再用 15 mL 盐酸溶液（7.6.1.2.2）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 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。

同时同样做空白试验，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。

### 7.6.1.5 试验数据处理

碳酸钡含量以碳酸钡（ $\text{BaCO}_3$ ）的质量分数  $w_5$  计，按公式（5）计算：

$$w_5 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m \times (50/250)} \times 100\% \quad (1)$$

式中：

$V$ ——滴定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）；

$V_0$ ——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）；

$M$ ——碳酸钡（ $1/3\text{BaCO}_3$ ）摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=65.78$ ）；

$m$ ——试样质量的数值，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算术平均值的 10 %。

## 7.6.2 原子吸收分光光度计法

### 7.6.2.1 原理

用盐酸溶解试样，在原子吸收分光光度计上，使用氧化亚氮-乙炔火焰，于 553.6 nm 处，采用标准加入法测定试样中钡含量，再折合成碳酸钡含量。



### 7.6.2.2 试剂或材料

7.6.2.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.6.2.2.2 钡（Ba）标准溶液：1 mL 溶液含钡（Ba）0.1 mg，用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的钡（Ba）标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.6.2.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水。

### 7.6.2.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有钡空心阴极灯。

### 7.6.2.4 试验步骤

在 6 个 100 mL 容量瓶中用移液管分别加 10 mL 试验溶液 A（见 7.5.4.1）、2 mL 盐酸溶液，再分别加 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 钡（Ba）标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件，使用氧化亚氮-乙炔火焰，于 553.6 nm 处，用水调零，测量吸光度。以钡（Ba）质量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，将工作曲线反向延长与横坐标相交处，即为试验溶液中钡（Ba）的质量。

### 7.6.2.5 试验数据处理

碳酸钡含量以碳酸钡（BaCO<sub>3</sub>）的质量分数  $w_5$  计，按公式（6）计算：

$$w_5 = \frac{m_1 \times 1.4370 \times 10^{-3}}{m \times (10/500)} \times 100\% \quad (6)$$

式中：

$m_1$ ——从标准曲线上查出试验溶液中钡质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$ ——试料质量的数值，单位为克（g）；

1.4370——钡换算成碳酸钡的系数。

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算术平均值的 10 %。

## 7.7 钠含量的测定

### 7.7.1 原理

用盐酸溶解试样，在原子吸收分光光度计上，使用空气-乙炔火焰，于 589.0 nm 处，用标准加入法测定试样中钠含量。

### 7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.7.2.2 钠（Na）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。该溶液使用现配。

7.7.2.3 钾（K）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 1000 mL，贮于聚乙烯瓶中。

7.7.2.4 水：符合 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水。

### 7.7.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有钠空心阴极灯。

### 7.7.4 试验步骤

在6个100 mL容量瓶中用移液管分别加2 mL试验溶液A（见7.5.4.1）、2 mL盐酸溶液、5 mL钾（K）标准溶液，再分别加0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL钠（Na）标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件，使用空气-乙炔火焰，于589.0 nm处，用水调零，测量吸光度。以钠（Na）质量（mg）为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，将工作曲线反向延长与横坐标相交处，即为试验溶液中钠（Na）的质量。

### 7.7.5 试验数据处理

钠含量以钠（Na）质量分数  $w_6$  计，按公式（7）计算：

$$w_6 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times (2/500)} \times 100\% \quad (7)$$

式中：

$m_1$ ——从标准曲线上查出试验溶液中钠质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$ ——试料（见7.5.4.1）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算术平均值的10%。

## 7.8 碳酸钙、碳酸钡及钠含量的测定——电感耦合等离子体发射光谱法

### 7.8.1 原理

在盐酸介质中，采用标准曲线法，用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素的含量。

### 7.8.2 试剂或材料

7.8.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.8.2.2 钠（Na）、钙（Ca）、钡（Ba）混合标准溶液：1 mL含钠（Na）、钙（Ca）、钡（Ba）各0.1 mg，用移液管分别移取10 mL按HG/T 3696.2配制的钠（Na）、钙（Ca）、钡（Ba）标准溶液，置于同一个100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.8.2.3 水：符合GB/T 6682—2008表1中规定的二级水。

### 7.8.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

### 7.8.4 试验步骤

#### 7.8.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、16 mL混合标准溶液，置于6个100 mL容量瓶中，2 mL盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

将电感耦合等离子体发射光谱仪调至最佳工作条件，以标准空白溶液调零，于表2中给出的各待测

元素测定波长处，测定其标准溶液的光谱强度。以每个标准溶液中待测元素的质量（mg）为横坐标，对应的光谱强度为纵坐标，分别绘制各待测元素标准曲线。

待测元素测定波长

杂质元素	钙	钡	钠
测定波长/nm	317.933	233.527	589.592

#### 7.8.4.2 试验

称取 1.0 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，加适量水，加 3 mL 盐酸溶液溶解，加热煮沸，冷却。全部转移至 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。用移液管移取 10.00 mL 此溶液，置于 100 mL 容量瓶中，加 2 mL 盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。测定试验溶液中各待测元素的光谱强度，并根据测得的光谱强度，分别从标准曲线上查出相应的各待测元素的质量。

#### 7.8.5 试验数据处理

碳酸钙、碳酸钡及钠含量分别以碳酸钙（CaCO<sub>3</sub>）、碳酸钡（BaCO<sub>3</sub>）及钠的质量分数  $w_4$ 、 $w_5$  及  $w_6$  计，按公式（8）、（9）及（10）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 \times 2.496 \times 10^{-3}}{m \times (10/100)} \times 100\% \quad (8)$$

$$w_5 = \frac{m_2 \times 1.437 \times 10^{-3}}{m \times (10/100)} \times 100\% \quad (9)$$

$$w_6 = \frac{m_3 \times 10^{-3}}{m \times (10/100)} \times 100\% \quad (10)$$

式中：

$m_1$ ——从标准曲线上查出的试验溶液中钙质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m_2$ ——从标准曲线上查出的试验溶液中钡质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m_3$ ——从标准曲线上查出的试验溶液中钠质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$ ——试样质量的数值，单位为克（g）；

2.496——钙换算成碳酸钙的系数；

1.4370——钡换算成碳酸钡的系数。

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算术平均值的 10 %。

### 7.9 铁含量的测定

#### 7.9.1 原理

同 GB/T 3049—2006 的第 3 章。

#### 7.9.2 试剂或材料

7.9.2.1 硝酸溶液：1+1。

7.9.2.2 盐酸溶液：1+1。

7.9.2.3 其他同 GB/T 3049—2006 的第 4 章。

#### 7.9.3 仪器设备

分光光度计：带有 4 cm 或 5 cm 的比色皿。

### 7.9.4 试验步骤

#### 7.9.4.1 标准曲线的绘制

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（Fe）标准溶液用量，绘制工作曲线。

#### 7.9.4.2 试验

称取约2 g试样，精确至0.000 2 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 25 mL 试验溶液，以下按照 GB/T 3049—2006 中 6.4 规定步骤从“必要时，加水至 60mL……”开始进行操作。

同时同样做空白试验，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。

### 7.9.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）质量分数 $w_7$ 计，按公式（11）计算：

$$w_7 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times (25/100)} \times 100\% \quad (11)$$

式中：

$m_1$ ——从标准曲线上查出试验溶液中铁质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m_0$ ——从标准曲线上查出空白试验溶液中铁质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$ ——试样质量的数值，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算术平均值的10 %。

### 7.10 铬含量的测定

#### 7.10.1 原理

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，使铬与镅分离，在原子吸收分光光度计上，使用空气—乙炔火焰，于波长357.9 nm，采用标准曲线法测定铬含量。

#### 7.10.2 试剂或材料

7.10.2.1 碳酸钠。

7.10.2.2 硝酸钾。

7.10.2.3 盐酸溶液：1+1。

7.10.2.4 氨水溶液：1+1。

7.10.2.5 盐酸羟胺溶液：50 g/L。

7.10.2.6 氯化铝溶液：20 g/L。

7.10.2.7 硫酸钠溶液：100 g/L。

7.10.2.8 铬（Cr）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。该溶液使用现配。

7.10.2.9 甲基红指示液（1 g/L）。

7.10.2.10 水：符合 GB/T 6682—2008 表 1 中规定的二级水。

### 7.10.3 仪器设备

7.10.3.1 铂坩埚。

7.10.3.2 原子吸收分光光度计：配有铬空心阴极灯。

### 7.10.4 试验步骤

#### 7.10.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 铬（Cr）标准溶液，置于 6 个 100 mL 容量瓶中，各加 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标准曲线。

#### 7.10.4.2 试验

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 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 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 5 mL 盐酸羟胺溶液搅拌煮沸，取下后加 5 mL 氯化铝溶液，加水至约 300 mL，加 2 滴甲基红指示液（1 g/L），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 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 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，与标准曲线相同的试验条件下，测定溶液的吸光度。

同时同样做空白试验，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。

### 7.10.5 试验数据处理

铬含量以铬（Cr）质量分数  $w_8$  计，按公式（12）计算：

$$w_8 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad (12)$$

式中：

$m_1$ ——从标准曲线上查出试验溶液中铬质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m_0$ ——从标准曲线上查出空白试验溶液中铬质量的数值，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算术平均值的10 %。

## 7.11 氯化物含量的测定

### 7.11.1 限量比浊法

#### 7.11.1.1 原理

用硝酸溶解试样，加入硝酸银溶液，氯离子与银离子生成氯化银白色沉淀，与同方法处理的氯标准比浊溶液进行比较。

#### 7.11.1.2 试剂或材料

7.11.1.2.1 硝酸溶液：1+1。

7.11.1.2.2 硝酸银溶液（17 g/L）。

7.11.1.2.3 氯（Cl）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 配制的氯标准液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

#### 7.11.1.3 试验步骤

称取 $1.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于100 mL烧杯中，加20 mL水、5 mL硝酸溶液，搅拌，煮沸5 min，冷却后，全部转移至100 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10 mL滤液，置于50 mL比色管中，加5 mL硝酸溶液、2 mL硝酸银（17 g/L）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，其浊度不应深于标准比浊溶液。

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。

### 7.11.2 分光光度法（仲裁法）

#### 7.11.2.1 原理

用硝酸溶解试样，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。

#### 7.11.2.2 试剂或材料

7.11.2.2.1 过氧化氢。

7.11.2.2.2 硝酸溶液：1+2。

7.11.2.2.3 硝酸银溶液：17 g/L。

7.11.2.2.4 丙三醇溶液：1+1。

7.11.2.2.5 氯（Cl）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 配制的氯标准液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

#### 7.11.2.3 仪器设备

7.11.2.3.1 分光光度计：带有 3 cm 的比色皿。

## 7.11.2.3.2 电热恒温水浴。

## 7.11.2.4 试验步骤

## 7.11.2.4.1 标准曲线的绘制

用移液管分别移取0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、16.00 mL氯（Cl）标准溶液，置于6个50 mL容量瓶中，再分别加5 mL硝酸溶液、4 mL丙三醇溶液、加水至约45 mL，再加1 mL硝酸银溶液，加水至刻度，摇匀。置于70 ℃～80 ℃的恒温水浴中保温20 min分钟。取出容量瓶，流水冷却至室温。在490 nm波长下，以水调零，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标准曲线。

## 7.11.2.4.2 试验

称取约1 g试样，精确至0.000 2g，置于100 mL烧杯中，用少量水润湿，加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分钟，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，以下按照7.10.2.4.1条从“加5 mL硝酸溶液，4 mL丙三醇溶液……”开始进行操作。

同时同样做空白试验，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。

## 7.11.2.5 试验数据处理

氯化物含量以氯化物（以Cl计）质量分数 $w_9$ 计，按公式（13）计算：

$$w_9 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times (10/100)} \times 100\% \quad (13)$$

式中：

$m_1$ ——从标准曲线上查出试验溶液中氯质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m_0$ ——从标准曲线上查出空白试验溶液中氯的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$ ——试样质量的数值，单位为克（g）。

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算术平均值的10 %。

## 7.12 总硫含量的测定

## 7.12.1 原理

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（EDTA）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（EDTA）标准滴定溶液用氯化镁标准滴定溶液滴定，计算总硫含量。

## 7.12.2 试剂或材料

7.12.2.1 盐酸溶液：1+1。

7.12.2.2 氢氧化钠溶液：4 g/L。

7.12.2.3 溴水：室温下饱和水溶液。

7.12.2.4 氯化钡溶液：100 g/L。

7.12.2.5 氨水溶液：1+2。

7.12.2.6 硝酸银溶液（17 g/L）。

7.12.2.7 氨-氯化铵缓冲溶液甲（pH≈10）。

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

7.12.2.9 氯化镁标准滴定溶液： $c(\text{MgCl}_2) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ ，按下列步骤进行配制、标定及试验数据处理：

a) 配制：称取 4.20 g 氯化镁，精确至 0.01 g，溶于 1000 mL 水中，加 1 mL 盐酸溶液（1+1）放置 1 个月后，用玻璃砂坩埚（滤板孔径  $5 \mu\text{m} \sim 15 \mu\text{m}$ ）抽滤。

b) 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（pH≈10）、适量铬黑 T 指示剂，用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）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。

c) 试验数据处理：氯化镁标准滴定溶液的浓度  $c$  按公式（14）计算：

$$c = \frac{c_0 \times (V_1 - V_0)}{V} \dots\dots\dots (14)$$

式中：

$c_0$ ——乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

$V_1$ ——标定氯化镁消耗乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——滴定空白试验溶液消耗乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液体积的数值，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）。

两人同时做三平行，每人三平行测定结果的极差与平均值之比不应大于0.2%，两人测定平均值之差与两人平均结果之比不应大于0.2%。结果取平均值，浓度值取四位有效数字。

7.12.2.10 甲基橙指示液（1 g/L）。

7.12.2.11 铬黑 T 指示剂。

### 7.12.3 试验步骤

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（1 g/L），滴加氨水溶液至溶液刚呈黄色为止，加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（17 g/L）检验]。将带有沉淀的滤纸放入原烧杯中，用移液管加15 mL乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液，加10 mL氢氧化钠溶液、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（pH≈10），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。

### 7.12.4 试验数据处理

总硫含量以总硫（以 $\text{SO}_4$ 计）质量分数 $w_{10}$ 计，按公式（15）计算：



$$w_{10} = \frac{(c_1 V_1 - c_2 V_2) \times M \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad (15)$$

式中：

$c_1$ ——乙二胺四乙酸二钠（EDTA）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（EDTA）标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）（ $V_1=15$ ）；

$c_2$ ——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）；

$m$ ——试料质量，单位为克（g）；

$M$ ——硫酸根（ $\text{SO}_4$ ）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%。

## 8 检验规则

8.1 本文件采用型式检验和出厂检验。型式检验和出厂检验应符合下列要求：

a) 本文件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，每三个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时，应进行型式检验：

- 更新关键生产工艺；
- 主要原料有变化；
- 停产又恢复生产；
- 与上次型式检验有较大差异；
- 合同规定。

b) 本文件要求中规定的锶钡含量（ $\text{SrCO}_3+\text{BaCO}_3$ ）、碳酸锶（ $\text{SrCO}_3$ ）、干燥减量、碳酸钙（ $\text{CaCO}_3$ ）、碳酸钡（ $\text{BaCO}_3$ ）、钠（Na）、铁（Fe）、氯化物（以 Cl 计）、总硫（以  $\text{SO}_4$  计）共九项为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 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同一型号的工业碳酸锶为一批。每批产品不超过 120 t。

8.3 按 GB/T 6678 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。

8.4 采用 GB/T 8170 规定修约值比较法判断检验结果是否符合本文件。

8.5 检验结果如有指标不符合本文件要求，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文件的要求时，则整批产品为不合格。

## 9 标志、标签

9.1 工业碳酸锶包装袋上应有牢固清晰的标志，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、本文件编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

9.2 每批出厂的工业碳酸锶产品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、本文件编号。

## 10 包装、运输、贮存

10.1 工业碳酸锶采用双层包装，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，也可根据用户要求的规格进行包装。

10.2 工业碳酸锶在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮和曝晒，严禁与酸性物质混运。

10.3 工业碳酸锶应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，防止雨淋、受潮。严禁与酸性物质混贮。

---