

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4508—XXXX
代替 HG/T 4508—2013

高纯碳酸锶

High purity strontium carbonate

(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

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 4508—2013《工业高纯碳酸锶》。与HG/T 4508—2013相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了钡、钙、镁、钠、铁、氯化物、总硫的指标要求（见5.2，2013年版的4.2）；
- 更改了碳酸锶的测定方法（见6.4，2013版的5.4）；
- 删除了钡的测定原子吸收氧化亚氮-乙炔法（见2013年版的5.5.1）；
- 增加了电感耦合等离子体发射光谱法测定钡、钙、镁、铁、重金属的含量（见6.10）；
- 修改了总硫的测定方法（见6.12，2013年版的5.11）；
- 增加了离子色谱法测定总硫、氯化物的含量（见6.13）。

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：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2013年首次发布为HG/T 4508—2013；
- 本次为第一次修订。

高纯碳酸锶

1 范围

本文件规定了高纯碳酸锶的要求、试验方法、检验规则以及标志和随行文件、包装、运输、贮存。
本文件适用于高纯碳酸锶。

注：该产品主要用于玻璃基板、发光材料、电子元器件、高性能锶铁氧体、新能源电池等的生产。

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—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10—菲啰啉分光光度法

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和判定

GB/T 31197 无机化工产品 杂质阴离子的测定 离子色谱法

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

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： SrCO_3

相对分子质量：147.63（按2022年国际相对原子质量）

5 要求

- 5.1 外观：白色粉末。
- 5.2 高纯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

项目	指标		
	优等品	一等品	合格品
碳酸锶（SrCO ₃ ）（以干基计） w/% ≥	99.5	99.0	98.0
钡（Ba） w/% ≤	0.04	0.05	——
钙（Ca） w/% ≤	0.03	0.05	——
镁（Mg） w/% ≤	0.001	0.003	——
钠（Na） w/% ≤	0.01	0.02	——
铁（Fe） w/% ≤	0.001	0.001	0.002
重金属（以 Pb 计） w/% ≤	0.000 5	0.001	0.002
总硫（以 SO ₄ 计） w/% ≤	0.02	0.03	——
氯化物（以 Cl 计） w/% ≤	0.02	0.03	——
水分 w/% ≤	0.30		
粒径	协商		

6 试验方法

警示：本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时应小心谨慎！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、有刺激性气味物质，操作时应在通风良好的通风橱中进行。

6.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 表 1 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、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 碳酸锶含量的测定

6.3.1 原理

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

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.3.2.2 氨水溶液：1+1。

6.3.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液甲：pH≈10。

6.3.2.4 乙二胺四乙酸二钠镁溶液： $c(\text{EDTA-Mg}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

称取 2.15 g 乙二胺四乙酸二钠镁，溶于水，稀释至 100 mL。

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

6.3.2.6 甲基红指示液：1 g/L。

6.3.2.7 铬黑 T 指示剂。

6.3.3 试验步骤

称取干燥至质量恒定（ $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ ）的试样约 1.0 g，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 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管移取 25 mL 上述溶液，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。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他操作和加入的试剂的种类和量与试验溶液相同（标准滴定溶液除外）。

6.3.4 试验数据处理

碳酸锶的含量以碳酸锶（ SrCO_3 ）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0)cM \times 10^{-3}}{m \times 25/250} \times 100\% - 1.075w_2 - 3.684w_3 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

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的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的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）；

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

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

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

w_2 ——由 6.4 条测得的钡的质量分数；

w_3 ——由 6.5 条测得的钙的质量分数；

1.075——钡换算成碳酸钡的系数；

3.684——钙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0.30 %。

6.4 钡的测定

6.4.1 原子吸收加氧空气-乙炔法（仲裁法）

6.4.1.1 原理

试样用盐酸溶解，在原子吸收分光光度计上，于553.5 nm处，用加氧空气-乙炔火焰，标准加入法测定试样中钡含量。

6.4.1.2 试剂或材料

6.4.1.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.4.1.2.2 钡标准溶液：1 mL 溶液含钡（Ba）0.10 mg；

用移液管移取10 mL按HG/T 3696.2配制的钡标准贮备溶液，置于100 mL容量瓶中，用二级水稀释至刻度，摇匀。

6.4.1.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 表 1 中的规定二级水。

6.4.1.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：采用加氧空气-乙炔火焰，配有钡空心阴极灯。

6.4.1.4 试验步骤

6.4.1.4.1 试验溶液的配制

称取一定量的试样约10 g，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30 mL盐酸溶液溶解。加热煮沸2 min，冷却后，全部移入250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。干过滤，得试验溶液A。保留此溶液用于钙含量、镁含量和钠含量的测定。

6.4.1.4.2 测定

在一系列50 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、4.00 mL、6.00 mL钡标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，于波长553.5 nm处，用加氧空气-乙炔火焰，选择最佳仪器工作条件，以水调零，测定其吸光度。以加入的钡标准溶液的质量浓度为横坐标，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，即为试验溶液中钡的质量浓度。

6.4.1.5 试验数据处理

钡的含量以钡（Ba）的质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{\rho \times 50 \times 10^{-6}}{m \times 10/250} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ ——从工作曲线上查出的试验溶液中钡的质量浓度的数值，单位为毫克每升（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绝对差值优等品不大于 0.004 %，一等品不大于 0.005 %。

6.4.2 电感耦合等离子体发射光谱法

见6.10。

6.5 钙的测定

6.5.1 原子吸收法（仲裁法）

6.5.1.1 原理

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。

6.5.1.2 试剂或材料

6.5.1.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.5.1.2.2 钙标准溶液：1 mL 溶液含钙（Ca）0.10 mg；

用移液管移取10 mL按HG/T 3696.2配制的钙标准贮备溶液，置于100 mL容量瓶中，用二级水稀释至刻度，摇匀。

6.5.1.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 表 1 中的规定二级水。

6.5.1.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有钙空心阴极灯。

6.5.1.4 试验步骤

在一系列50 mL容量瓶中，用移液管各移入5 mL试验溶液A，加2 mL盐酸溶液，再分别加入0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 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，选择最佳仪器工作条件，以水调零，测定其吸光度。以加入钙标准溶液的质量浓度为横坐标，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质量浓度。

6.5.1.5 试验数据处理

钙的含量以钙（Ca）的质量分数 w_3 计，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{\rho \times 50 \times 10^{-6}}{m \times 5/250} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

ρ ——从工作曲线上查出的试验溶液中钙的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

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优等品不大于 0.003 %，一等品不大于 0.005 %。

6.5.2 电感耦合等离子体发射光谱法

见6.10。

6.6 镁的测定

6.6.1 原子吸收法（仲裁法）

6.6.1.1 原理

试样用盐酸溶解，在原子吸收分光光度计上，于285.2 nm处，用标准加入法测定试样中镁含量。

6.6.1.2 试剂或材料

6.6.1.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.6.1.2.2 镁标准溶液：1 mL 溶液含镁（Mg）0.01 mg；

用移液管移取1 mL按HG/T 3696.2配制的镁标准贮备溶液，置于100 mL容量瓶中，用二级水稀释至刻度，摇匀。

此溶液现用现配。

6.6.1.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 表 1 中的规定二级水。

6.6.1.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有镁空心阴极灯。

6.6.1.4 试验步骤

用移液管各移取10 mL试验溶液A，于四个50 mL容量瓶中，分别加入2 mL盐酸溶液，再分别加入0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL的镁标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，于波长285.2 nm处，用空气-乙炔火焰，选择最佳仪器工作条件，以水调零，测定其吸光度。以加入镁的标准溶液的质量浓度为横坐标，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，即为试验溶液中镁的质量浓度。

6.6.1.5 试验数据处理

镁的含量以镁（Mg）的质量分数 w_4 计，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{\rho \times 50 \times 10^{-6}}{m \times 10/250} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

ρ ——从工作曲线上查出的试验溶液中镁的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

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优等品不大于 0.000 1 %，一等品不大于 0.000 3 %。

6.6.2 电感耦合等离子体发射光谱法

见6.10。

6.7 钠的测定

6.7.1 原理

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

6.7.2 试剂或材料

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，置于100 mL容量瓶中，用二级水稀释至刻度，摇匀。

此溶液现用现配。

6.7.2.3 水：符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

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 试验步骤

用移液管各移取2 mL试验溶液A，于四个50 mL容量瓶中，分别加入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的钠标准溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

在原子吸收分光光度计上，于波长589.0 nm处，用空气-乙炔火焰，选择最佳仪器工作条件，以水调零，测定其吸光度。以加入钠的标准溶液的质量浓度为横坐标，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浓度。

6.7.5 试验数据处理

钠的含量以钠（Na）的质量分数 w_5 计，按公式（5）计算：

$$w_5 = \frac{\rho \times 50 \times 10^{-6}}{m \times 2/250} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

ρ ——从工作曲线上查出的试验溶液中钠的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

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优等品不大于 0.001 %，一等品不大于 0.002 %。

6.8 铁的测定

6.8.1 分光光度法（仲裁法）

6.8.1.1 原理

同GB/T 3049—2006的第3章。

6.8.1.2 试剂或材料

6.8.1.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.8.1.2.2 其他试剂同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.8.1.3 仪器设备

分光光度计：配有4 cm或5 cm的比色皿。

6.8.1.4 试验步骤

6.8.1.4.1 工作曲线的绘制

按照GB/T 3049—2006第6.3条的规定，使用4 cm或5 cm的比色皿及对应的铁标准溶液用量，绘制工作曲线。

6.8.1.4.2 试验溶液的制备

称取约10 g试样，精确至0.01 g，置于100 mL烧杯中，加入40 mL水，20 mL盐酸溶液，加热溶解，煮沸赶尽二氧化碳，冷却后用中速定性滤纸过滤，用水洗涤，滤液和洗涤液收集于200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，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、加入的试剂与试验溶液的处理相同。

6.8.1.5 试验数据处理

铁的含量以铁（Fe）的质量分数 w_6 计，按公式（6）计算：

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times 50 / 200} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

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 0.000 1 %。

6.8.2 电感耦合等离子体发射光谱法

见6.10。

6.9 重金属含量的测定

6.9.1 比浊法（仲裁法）

6.9.1.1 原理

在弱酸性条件下，试样中的重金属离子与饱和硫化氢作用，生成棕褐色悬浮液，与同法处理的铅标准比浊溶液比较。

6.9.1.2 试剂或材料

6.9.1.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.9.1.2.2 氨水溶液：1+1。

6.9.1.2.3 乙酸盐缓冲溶液：pH≈3.5；

称取 25.0 g 乙酸铵，加 25 mL 水溶解，加 45 mL 盐酸溶液，再用盐酸溶液或氨水溶液调节 pH 值至 3.5，用水稀释至 100 mL。

6.9.1.2.4 饱和硫化氢水。

6.9.1.2.5 铅标准溶液：1 mL 溶液含铅（Pb）0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铅标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

此溶液现用现配。

6.9.1.2.6 酚酞指示液：10 g/L。

6.9.1.3 试验步骤

6.9.1.3.1 标准比色溶液的制备

移取一定量的铅标准溶液（优等品0.5 mL、一等品1.0 mL、合格品2.0 mL）于50 mL比色管中，加水至20 mL，加5 mL乙酸盐缓冲溶液，备用。

6.9.1.3.2 试验溶液的制备

称取 $1.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 50 mL 比色管中，加约 10 mL 水，加 1 滴酚酞指示液，滴加氨水溶液至溶液刚为红色，再滴加盐酸溶液至溶液红色消失。加 5 mL 乙酸盐缓冲溶液，摇匀备用。

6.9.1.3.3 试验

向试验溶液和标准比色溶液的比色管中各加入 10 mL 饱和硫化氢水，用水稀释至刻度，摇匀，于暗处放置 10 min，同时置于白色背景下，在自然光下自上向下观察。

如果试验溶液所产生的颜色不混于标准比色溶液，则符合本文件规定的指标要求，否则不符合本文件规定的指标要求。

6.9.2 电感耦合等离子体发射光谱法

见6.10。

6.10 钡、钙、镁、铁、重金属含量的电感耦合等离子体发射光谱法测定

6.10.1 原理

试样用盐酸溶解，在电感耦合等离子发射光谱仪上测定试样中钡、钙、镁、铁、重金属含量。

6.10.2 试剂或材料

6.10.2.1.1 盐酸溶液：1+1

6.10.2.1.2 混合标准溶液 I：1 mL 溶液含钡、钙各 0.1 mg。

分别移取10.00 mL按HG/T 3696.2配制的钡、钙标准贮备溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.10.2.1.3 混合标准溶液 II：1 mL 溶液含镁、铁、铅各 0.01 mg。

分别移取1.00 mL按HG/T 3696.2配制的镁、铁、铅标准贮备溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

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

6.10.3 仪器设备

电感耦合等离子发射光谱仪。

6.10.4 试验步骤

6.10.4.1 试验溶液的配制

称取一定量的试样约10 g，精确至0.000 2 g，置于100 mL烧杯中，加25 mL水，盖上表面皿，滴加30 mL盐酸溶液溶解，加热煮沸2 min，冷却后，全部移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。干过滤，得试验溶液A。

6.10.4.2 测定

在一系列50 mL容量瓶中，用移液管各移入5 mL试验溶液A，再分别加入0.00 mL、2.00mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00mL混合标准溶液 I，加2 mL盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀，得试验溶液 B，用于测定钡、钙含量。

在一系列50 mL容量瓶中，用移液管各移入5 mL试验溶液A，再分别加入0.00 mL、0.50mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00mL混合标准溶液 II，加2 mL盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀，得试验溶液C，用于测定镁、铁、重金属含量。

将电感耦合等离子发射光谱仪调至最佳仪器工作条件，将上述试验溶液 B 和试验溶液 C 分别导入电感耦合等离子体发射光谱仪，确定分析谱线波长（见附录 A 或按照仪器说明书选择），以试剂空白为参比，测定其光谱强度，以加入的标准溶液中待测元素的质量浓度为横坐标，对应的光谱强度为纵坐标，绘制工作曲线，将曲线反向延长与横坐标相交处，即为试验溶液中待测元素的质量浓度。

6.10.5 试验数据处理

钡(Ba)、钙(Ca)、镁(Mg)、铁(Fe)、重金属（以Pb计）的含量以质量分数 w_i 计，按公式（7）计算：

$$w_i = \frac{\rho_1 \times 50 \times 10^{-6}}{m \times 5/100} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液 A 中待测金属元素的质量的数值，单位为微克（ μg ）；

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20%。

6.11 总硫含量的测定

6.11.1 比浊法

6.11.1.1 原理

在酸性介质中，处理后的试样中的硫酸根离子与氯化钡反应形成硫酸钡白色悬浊液，与标准比浊溶液进行比较。

6.11.1.2 试剂或材料

6.11.1.2.1 95%乙醇。

6.11.1.2.2 30%过氧化氢。

6.11.1.2.3 盐酸溶液：1+1。

6.11.1.2.4 氯化钡溶液：100 g/L。

6.11.1.2.5 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（以 SO_4 计）0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.11.1.3 试验步骤

6.11.1.3.1 标准比浊溶液的制备

移取一定量的硫酸盐标准溶液（优等品 2.0 mL、一等品 3.0 mL）置于 100 mL 比色管中，加入 2 mL 的盐酸溶液，加入 5 mL 的 95% 乙醇溶液，边摇边滴加 5 mL 氯化钡溶液，加水至刻度，摇匀，暗处放置 10 min。

6.11.1.3.2 试验

称取 $1.0\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于 100 mL 烧杯中，加少量水润湿，加入 5 mL 过氧化氢，在电炉上蒸干，取下冷却至室温，滴加盐酸溶液至试样全部溶解，转移至 100 mL 比色管中，加入 2 mL 的盐酸溶液，加入 5 mL 的 95% 乙醇溶液，边摇边滴加 5 mL 氯化钡溶液，加水至刻度，摇匀，暗处放置 10 min。

如果试验溶液所产生的浊度不深于标准比浊溶液，则符合本文件规定的指标要求，否则不符合本文件规定的指标要求。

6.11.2 离子色谱法

见 6.13。

6.12 氯化物含量的测定

6.12.1 比浊法

6.12.1.1 原理

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

6.12.1.2 试剂或材料

6.12.1.2.1 硝酸溶液：1+2。

6.12.1.2.2 硝酸银溶液：17 g/L。

6.12.1.2.3 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 配制的氯标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.12.1.3 试验步骤

6.12.1.3.1 标准比浊溶液的制备

移取一定量的氯标准溶液（优等品 2.0 mL、一等品 3.0 mL），置于 50 mL 比色管中，加 1 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。

6.12.1.3.2 试验

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，煮沸5 min，冷却后移至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1 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。

如果试验溶液所产生的浊度不深于标准比浊溶液，则符合本文件规定的指标要求，否则不符合本文件规定的指标要求。

6.12.2 离子色谱法

见6.13。

6.13 硫酸盐含量和氯化物含量的离子色谱法测定

6.13.1 方法提要

试样用盐酸溶解，在离子色谱仪上氯离子和硫酸根离子通过离子色谱柱分离，用电导检测器进行检测，以外标法计算出被测总硫和氯化物的含量。

6.13.2 试剂或材料

6.13.2.1 盐酸溶液：1+1。

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

6.13.2.3 硫酸盐离子标准溶液：1 mL溶液含硫酸盐(SO_4)0.050 mg，用移液管移取5 mL按GB/T 31197配制的硫酸盐离子标准溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.13.2.4 氯离子标准溶液：1 mL溶液含氯(Cl)0.050 mg，用移液管移取5 mL按GB/T 31197配制的氯离子标准溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.13.3 仪器、设备

6.13.3.1 离子色谱仪。

6.13.3.2 色谱柱：被检测阴离子与相邻离子的分离度 $R\geq 1.5$ 。

6.13.3.3 滤膜孔径： $\leq 0.45\text{ }\mu\text{m}$ 。

6.13.3.4 检测器：电导检测器，若能确认有同样功能的其它检测器也可使用。

6.13.4 试验步骤

6.13.4.1 试验溶液的制备

称取约0.25 g试样，精确至0.000 2 g，置于50 mL烧杯中，加15 mL水、15 mL盐酸溶液，溶解后，全部转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.13.4.2 工作曲线的绘制

用适宜的移液管按表2的规定分别移取各标准溶液置于5个100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

表2

标准溶液	移取标准溶液的体积/mL				
	1 [#]	2 [#]	3 [#]	4 [#]	5 [#]
硫酸盐离子标准溶液	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00
氯离子标准溶液	0.00	0.50	1.00	1.50	2.00

将离子色谱仪调整至最佳工作状态（推荐的仪器操作条件见附录 B），将各个稀释的标准溶液依次注入，以所注入的稀释标准溶液中待测离子的质量浓度为横坐标，所对应的峰面积为纵坐标绘制工作曲线。

6.13.4.3 试验

在相同条件下注入试验溶液，根据测得的峰面积从工作曲线上查得试验溶液中各离子的质量浓度。

6.13.5 试验数据处理

各离子含量以质量分数 w_k 计，按公式（9）计算：

$$w_k = \frac{\rho_k \times 100 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (9)$$

式中：

ρ_k ——从工作曲线上查得的试验溶液中各离子的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
 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与算术平均值之比不大于10 %。

6.14 水分的测定

6.14.1 原理

试料在 105 °C±2 °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变化确定水分。

6.14.2 仪器设备

6.14.2.1 称量瓶：Φ50 mm×30 mm。

6.14.2.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 °C±2 °C。

6.14.3 试验步骤

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。

6.14.4 试验数据处理

水分以质量分数 w_7 计，按公式（10）计算：

$$w_7 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (10)$$

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 0.03 %。

6.15 粒径的测定

6.15.1 仪器设备

激光粒度仪：具备超声分散、电磁循环及数据分析处理功能。

6.15.2 试验步骤

取约 0.1 g~0.5 g 试样，置于预先盛有适量水的激光粒度仪样品池中，将相关参数调整到仪器最佳使用状态，按照激光粒径分析仪的操作步骤测定试样的粒径。

7 检验规则

7.1 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规定：

- a) 第 5 章规定的所有指标项目为型式检验项目，正常生产情况下，每六个月至少进行一次型式检验，有下列情况之一时，应进行型式检验：
 - 更新关键设备和生产工艺；
 - 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) 第 5 章规定的碳酸锶含量、钡含量、钙含量、铁含量、水分共 5 项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同一等级的高纯碳酸锶为一批，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、等级、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 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。

7.5 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。

8 标志和随行文件

8.1 高纯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、等级、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。

8.2 每批出厂的高纯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、等级、净含量、批号（或生产日期）、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 高纯碳酸锶可采用塑料编织袋或集装袋（吨袋），内衬聚乙烯塑料薄膜袋的双层包装，并封口。每袋净含量为 25 kg、50 kg、1000 kg。也可根据用户要求进行包装。

9.2 高纯碳酸锶运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮和暴晒。

9.3 高纯碳酸锶应贮存于通风、干燥的仓库内。

附 录 A
(资料性)
分析谱线参考波长

表 A.1 给出了使用电感耦合等离子体发射光谱仪测定待测元素（钡、钙、镁、钠、铁、铅）含量的分析谱线参考波长。

表 A. 1

待测元素	测定波长/nm
Ba	455.403
Ca	396.847
Mg	279.553
Na	589.592
Fe	238.204、259.940
Pb	217.000

附 录 B
(资料性)
推荐的离子色谱仪操作条件

表B.1给出了采用梯度淋洗推荐的离子色谱仪操作条件。

表 B. 1

项 目	操作条件
色谱柱	大容量阴离子交换柱, 如 IonPac AS18, 4 mm×250 mm(带 IonPac AG 18 型保护柱 4 mm×50 mm), 或性能相当的离子色谱柱
抑制器	AERS500
检测器类型	电导检测器 (CD)
检测器温度	35 ℃
色谱柱温度	30 ℃
淋洗液	氢氧化钾溶液
淋洗液/流动相组成	KOH 梯度: 0 min~22 min, 12 mmol/L; 22.1 min~30 min, (12~43) mmol/L ; 30.1 min~34 min, 43 mmol/L; 34.1min~42 min, 12 mmol/L
淋洗液流速/ (mL/min)	1.0
进样体积/μL	200