

备案号:2773—1999

HG/T 3587—1999

前 言

本标准依据有关企业标准制定,并根据国内产品生产的实际情况及产品质量,划分为三个等级,设置十项指标项目。

本标准与企业标准的主要差异:

指标项目由七项增加到十项,制定了相应的分析方法。

本标准由中华人民共和国原化学工业部技术监督司提出。

本标准由化工部无机盐产品标准化技术归口单位归口。

本标准起草单位:化工部天津化工研究院、河北辛集化工厂、邢台钢铁公司有色金属冶炼厂。

本标准主要起草人:刘幽若、郭凤欣、赵惠、田灵芝、张银环。

本标准委托化工部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

电子工业用高纯钛酸钡

HG/T 3587—1999

High purity barium titanate for electronic industrial use

1 范围

本标准规定了电子工业用高纯钛酸钡的要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于电子工业用高纯钛酸钡,该产品主要用于电子工业中作为制造非线性元件,介质放大器、电子计算机的记忆元件、微型电容器以及超声波发生器等部件的材料。

分子式:BaTiO₃

相对分子质量:233.20(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为本标准的条文。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 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 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)

GB/T 8946—1988 塑料编织袋

3 要求

3.1 外观:白色粉末。

3.2 电子工业用高纯钛酸钡应符合表1要求。

表1 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
氧化钡与二氧化钛摩尔比(BaO/TiO ₂)	1.000±0.003	1.000±0.005	1.000±0.010
钛酸钡(BaTiO ₃)含量/%	≥99.9	≥99.5	≥99.0
氧化锶(SrO)含量/%	≤0.010	≤0.20	≤0.40
氧化钠(Na ₂ O)含量/%	≤0.005	≤0.02	≤0.10
氧化钾(K ₂ O)含量/%	≤0.005	≤0.01	≤0.015
氧化铝(Al ₂ O ₃)含量/%	≤0.005	≤0.03	≤0.10
二氧化硅(SiO ₂)含量/%	≤0.005	≤0.05	≤0.10
氧化铁(Fe ₂ O ₃)含量/%	≤0.003	≤0.008	≤0.015
氧化镁(MgO)含量/%	≤0.001	≤0.005	≤0.010
平均粒径/μm	≤1.0	≤1.2	≤1.45

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 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:本标准分析过程中使用强酸、强碱时,须小心谨慎;加热溶解样品时,需在通风橱中进行。

4.1 钛酸钡含量的测定

4.1.1 方法提要

在强酸性介质中,缓缓加热下,使试料的晶型转变后,加水溶解,然后用 EDTA 掩蔽钛,用硫酸铵作沉淀剂,与钡离子产生硫酸钡沉淀。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 盐酸;

4.1.2.2 氨水溶液:1+1;

4.1.2.3 硝酸银溶液:10 g/L;

4.1.2.4 硫酸铵溶液:250 g/L;

4.1.2.5 乙二胺四乙酸二钠的氨性溶液:

称取 38 g 乙二胺四乙酸二钠溶于 1 000 mL 1+5 的氨水溶液中;

4.1.2.6 甲基橙指示液:1 g/L。

4.1.3 分析步骤

称取约 0.5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 200 mL 烧杯中,加入少量水湿润试样,摇动。加 15 mL 盐酸,置于电炉上方距电炉约 5 cm 处缓缓加热,边加热边摇动,待其晶型转化后(即溶液由无色变为浅黄色再变为无色,试样成为松散状颗粒),此时再加入 15 mL 水,继续加热至试样完全溶解。用慢速定性滤纸过滤,用热水洗涤不溶物至滤液无氯离子(用硝酸银溶液检验),收集滤液及洗液于 400 mL 烧杯中。加入 50 mL 乙二胺四乙酸二钠的氨性溶液,调整溶液体积至 300 mL,加 1 滴甲基橙指示液,滴加氨水调整溶液刚呈黄色,加热至沸,在不断搅拌下加入 20 mL 硫酸铵溶液。移至水浴保温沉化 2 h 以上。用慢速定量滤纸过滤,用热水洗涤沉淀至无氯离子(以硝酸银溶液检验)。将沉淀连同滤纸置于已在 800℃~850℃ 下干燥至恒重的瓷坩埚中,低温灰化,然后于 800℃~850℃ 下灼烧 40 min,于干燥器中冷却,称量,再灼烧直至恒重。

4.1.4 分析结果的表述

以质量分数表示的钛酸钡含量(BaTiO_3) X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.999\ 2}{m} \times 100 = \frac{(m_1 - m_0) \times 99.92}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——沉淀与坩埚的质量, g;

m_0 ——坩埚的质量, g;

m ——试料的质量, g;

0.999 2——硫酸钡换算成钛酸钡的系数。

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 氧化钡与二氧化钛的摩尔比

4.2.1 二氧化钛含量的测定

4.2.1.1 方法提要

用硫酸和硫酸铵溶解试样后加水和盐酸,再加金属铝还原二氧化钛。冷却后,以硫氰酸铵溶液作指示剂,用硫酸铁铵标准滴定溶液滴定。

4.2.1.2 试剂和材料

4.2.1.2.1 硫酸。

- 4.2.1.2.2 盐酸。
 4.2.1.2.3 金属铝。
 4.2.1.2.4 硫酸铵。
 4.2.1.2.5 碳酸氢钠饱和溶液。
 4.2.1.2.6 硫氰酸钾饱和溶液。
 4.2.1.2.7 硫酸铁铵标准滴定溶液： $c[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2]$ 约 0.1 mol/L。

配制：称取 49 g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于 300 mL 盐酸水溶液(含 10 mL 1+1 盐酸溶液)中，再转移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

标定：吸取 25 mL 上述溶液，置于 250 mL 碘量瓶中，加 35 mL 水，3 g 碘化钾，然后加 3 mL 1+1 盐酸溶液，立刻盖紧塞子并轻轻摇匀，在暗处放置 10 min。取出用水冲洗瓶塞及瓶壁，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色时，加入 10 mL 乙酸钠溶液(250 g/L)，加 1 mL 淀粉溶液，继续滴定至蓝色消失为止。并作空白试验。

以 mol/L 计的硫酸铁铵标准滴定溶液的实际浓度按式(2)计算：

$$c = \frac{(V_1 - V_0)c_2}{25} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中： c ——硫酸铁铵标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

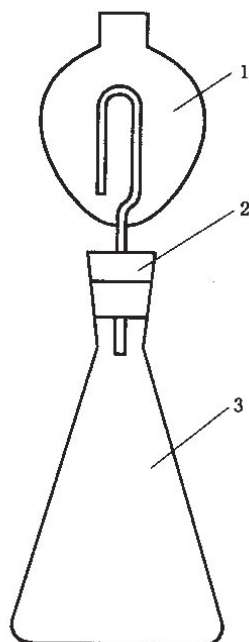
V_1 ——滴定试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，mL；

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_2 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L。

4.2.1.3 仪器、设备

玻璃液封管(见图 1)；250 mL。



1—玻璃液封管；2—橡皮塞；3—三角锥瓶

图 1

4.2.1.4 分析步骤

称取 0.4 g 试样(精确至 0.000 2 g)，置于 500 mL 锥形瓶中，加入少量水冲洗瓶壁后，摇动，使形成乳浊液，加入 20 mL 硫酸和 10 g 硫酸铵。置于电炉上，开始缓缓加热，最后强热溶解。冷却后，加入 80 mL 水和 20 mL 盐酸，充分摇匀后，加入 2.5 g 金属铝，按图 1 所示装上液封管，把橡皮塞塞紧。该液封管中预先加入碳酸氢钠饱和溶液至该管体积的 2/3 左右。待金属铝完全溶解且溶液呈紫色，冷却¹⁾

至室温。取下液封管,将其中碳酸氢钠饱和溶液倒入锥形瓶中并以少量水冲洗胶塞及瓶壁。加入 3 mL 硫氰酸钾饱和溶液,立即用硫酸铁铵标准滴定溶液滴定至溶液呈淡褐色约 30 s 不消失即为终点。同时作空白试验。

注:1)这时碳酸氢钠溶液回流至锥形瓶中,产生二氧化碳后回流停止。

4.2.1.5 分析结果的表述

以质量分数表示的二氧化钛含量 X_2 按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 0.07988}{m} \times 100 = \frac{c(V_1 - V_0) \times 7.988}{m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: c ——硫酸铁铵标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的硫酸铁铵标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的硫酸铁铵标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

0.07988——与 1.00 mL 硫酸铁铵标准滴定溶液 [$c(\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的二氧化钛的质量。

4.2.1.6 允许差

取两次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 0.1%。

4.2.2 氧化钡与二氧化钛的摩尔比的表述

氧化钡与二氧化钛的摩尔比 (BaO/TiO_2) 按式(4)计算:

$$\text{BaO}/\text{TiO}_2 = \frac{X_1/233.2}{X_2/79.88} = \frac{0.3425 X_1}{X_2} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: X_1 ——按 4.1 条测定得到的钛酸钡的百分含量, %;

X_2 ——按 4.2.1 条测定得到的二氧化钛的百分含量, %;

233.2——钛酸钡的相对分子质量;

79.88——二氧化钛的相对分子质量。

4.3 氧化锶含量的测定

4.3.1 方法提要

试样在强酸介质中缓缓加热,待其晶体转变后,溶解于水。在波长 460.7 nm 下,空气-乙炔火焰,采用标准加入法测定锶含量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 盐酸;

4.3.2.2 氯化钾溶液:10 g/L;

4.3.2.3 锶标准溶液:1 mL 溶液含有 0.05 mgSr。

用移液管移取 50 mL 按 GB/T 602 配制的锶标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.3.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有锶空心阴极灯。

4.3.4 测定步骤

4.3.4.1 试验溶液 A 的制备

称取试样 1 g(准确至 0.01 g),于 200 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸。置于电炉上缓缓加热,待其晶型转化后(即溶液由无色变为浅黄色再变为无色,试样成为松散状颗粒。),加入 30 mL 水,继续加热溶解,取下,冷却后,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀;以干过滤器过滤,弃去初滤液 10 mL,收集滤液于聚乙烯塑料瓶中。此溶液为试验溶液 A。保留此溶液用于氧化钠、氧化钾和氧化铁含量的测定。

4.3.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同,并与试样同时同样处理。

4.3.4.3 测定

在四个 50 mL 容量瓶中,各加入优等品 20.00 mL,一等品和合格品 5.00 mL 试验溶液 A (4.3.4.1),再分别加入锶标准溶液 0.00 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL,分别加 2 mL 氯化钾溶液,以水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收分光光度计上,以空白试验溶液调零,测定各溶液的吸光度。

以锶标准溶液的浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标绘制曲线,将曲线反向延长,与横轴相交,交点即为待测锶元素的含量。

4.3.5 分析结果的表述

以质量分数表示的氧化锶(SrO)含量 X_3 按式(5)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 \times 1.183}{m \times \frac{V}{100} \times 1000} \times 100 = \frac{11.83 m_1}{mV} \dots\dots\dots(5)$$

式中: m_1 ——用作图外延法求出的试验溶液中锶的质量,mg;

m ——试料的质量,g;

V ——加入的试验溶液 A 的体积,mL;

1.183——锶换算为氧化锶的系数。

4.3.6 允许差

取两次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:优等品不大于 0.002%,一等品和合格品不大于 0.05%。

4.4 氧化钠和氧化钾含量的测定

4.4.1 方法提要

溶解后的试料,在火焰光度计或带火焰发射的原子吸收分光光度计上,采用标准加入法,在 589.0 nm 和 766.5 nm 波长下分别测定钠和钾经火焰燃烧所激发的光谱强度,以此计算氧化钠和氧化钾含量。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 盐酸。

4.4.2.2 钠标准溶液:1 mL 溶液含有 0.01 mgNa。

用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的钠标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液贮存在聚乙烯塑料瓶中。

4.4.2.3 钾标准溶液:1 mL 溶液含有 0.01 mg K。

用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的钾标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4.3 仪器、设备

火焰光度计或带火焰发射的原子吸收分光光度计。

4.4.4 分析步骤

在一组 100 mL 容量瓶中,各加入优等品 20.00 mL、一等品 10.00 mL、合格品 2.00 mL 试验溶液 A(4.3.4.1),再分别加入 0.00 mL,1.00 mL,2.00 mL,3.00 mL 钠和钾标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

用火焰光度计或带火焰发射的原子吸收分光光度计,钠在波长 589.0 nm,钾²⁾在 766.5 nm 下,用空白试验溶液(4.3.4.2)调零,测量钠和钾的辐射强度。

以加入标准溶液的浓度为横坐标,相应的辐射强度为纵坐标,绘制曲线,将曲线反向与横坐标相交,交点即为待测元素钠和钾的含量。

注:2) 测钾时建议狭缝为 0.4 mm。

4.4.5 分析结果的表述

以质量分数表示的氧化钠(Na_2O)含量 X_4 按式(6)计算:

$$X_4 = \frac{m_1 \times 1.348}{m \times \frac{V}{100} \times 1000} \times 100 = \frac{13.48 m_1}{mV} \dots\dots\dots(6)$$

式中: m_1 ——用作图外延法求出的试验溶液中的钠质量,mg;

m ——4.3.4.1 中的试料的质量,g;

V ——加入的试验溶液 A 的体积,mL;

1.348——钠换算为氧化钠的系数。

以质量分数表示的氧化钾(K_2O)含量 X_5 按式(7)计算:

$$X_5 = \frac{m_1 \times 1.205}{m \times \frac{V}{100} \times 1000} \times 100 = \frac{12.05 m_1}{mV} \dots\dots\dots(7)$$

式中: m_1 ——用作图外延法求出的试验溶液中的钾质量,mg;

m ——4.3.4.1 中试料的质量,g;

V ——加入的试验溶液 A 的体积,mL;

1.205——钾换算为氧化钾的系数。

4.4.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定的结果。平行测定结果的绝对差值氧化钠优等品不大于 0.000 5%,一等品不大于 0.002%,合格品不大于 0.01%;氧化钾优等品和一等品不大于 0.001%,合格品不大于 0.005%。

4.5 三氧化二铝含量的测定

4.5.1 方法提要

用无水碳酸钠熔融试样,用水浸出熔块,再于沸水浴上加热溶解、过滤。在 pH3.8 左右,用铝试剂与滤液中的铝生成红色络合物。在波长为 530 nm 下,测其吸光度。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 无水碳酸钠。

4.5.2.2 氨水溶液:1+10。

4.5.2.3 抗坏血酸溶液:10 g/L。

4.5.2.4 硫酸溶液:1+10。

4.5.2.5 混合试剂溶液。

称取 1 g 铝试剂,20 g 阿拉伯树胶,267 g 乙酸铵,分别溶解于水后,与 253 mL 盐酸混合,过滤,以水稀释至 2 000 mL。

4.5.2.6 铝标准溶液:1 mL 溶液含有 0.004 mgAl。

用移液管移取 4 mL 按 GB/T 602 配制的铝标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.5.2.7 溴甲酚绿指示液:0.5 g/L。

称取 0.1 g 溴甲酚绿,溶于 2.65 mL 氢氧化钠(4 g/L)溶液中,用水稀释至 200 mL。

4.5.3 仪器、设备

4.5.3.1 铂坩埚;

4.5.3.2 分光光度计:具有 1 cm 吸收池。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 工作曲线的绘制

在一组 150 mL 烧杯中,分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00 mL 铝标准溶液,加水至 20 mL,加 1 mL 抗坏血酸,准确加入 10 mL 混合试剂溶液,在沸水浴中加热 9 min。冷却后,移入 100 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

使用分光光度计,在 530 nm 波长下,用 1 cm 吸收池,以水调整,测量其吸光度。

以铝含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.5.4.2 试验溶液 B 的制备

称取约 0.4 g 试样(精确至 0.01 g),置于已加入 5.0 g 无水碳酸钠的铂坩埚中,搅匀,上面再覆盖 3.0 g 无水碳酸钠。于 950℃~1 000℃ 的高温炉中熔融 10 min~15 min,取出摇匀一次,或补加 2 g 无水碳酸钠继续熔融至透明。取出冷却后,于塑料烧杯中浸出熔块,将坩埚冲洗干净,于沸水浴上加热溶解熔融物。冷却后,用中速定性滤纸过滤,将滤液置于 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 B。保留此溶液用于二氧化硅、氧化镁含量的测定。

4.5.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同,并与试样同时同样处理。

4.5.4.4 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 B(4.5.4.2),置于 150 mL 锥形瓶中,加入 1 滴溴甲酚绿指示剂,用硫酸调节溶液呈黄绿色(如调过可用氨水溶液调回),以下按 4.5.4.1 从“加入 1 mL 抗坏血酸,……”开始,到“……,测量其吸光度。”进行操作。同时作空白试验。

根据工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中铝的质量。

4.5.5 分析结果的表述

以质量分数表示的氧化铝(Al_2O_3)含量 X_6 按式(8)计算:

$$X_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 1.889 \times 10^{-3}}{m \times \frac{25}{200}} \times 100 = \frac{(m_1 - m_0) \times 1.511}{m} \dots\dots\dots(8)$$

式中: m_1 ——试验溶液中铝的质量,mg;

m_0 ——空白试验溶液中铝的质量,mg;

m ——试料的质量,g;

1.889——铝换算为三氧化二铝的系数。

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:优等品不大于 0.000 5%,一等品和合格品不大于 0.003%。

4.6 二氧化硅含量的测定

4.6.1 方法提要

用无水碳酸钠熔融试料,用水浸出熔块,再于沸水浴上加热溶解后,过滤,在硫酸介质中,加入钼酸铵,形成硅钼杂多酸(硅钼黄),在草酸存在下,加入还原剂抗坏血酸,将硅钼黄还原为硅钼蓝,在 680 nm 波长下,测其吸光度。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 无水碳酸钠。

4.6.2.2 硫酸溶液:1+17。

4.6.2.3 钼酸铵溶液:100 g/L。

4.6.2.4 抗坏血酸溶液:10 g/L。

4.6.2.5 草酸-硫酸混合液。

称取 20 g 草酸,溶于 500 mL 1+1 硫酸溶液中。

4.6.2.6 二氧化硅标准溶液:1 mL 溶液含有 0.01 mg SiO_2 。

用移液管移取 1 mL 按 GB/T 602 配制的二氧化硅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。使用时配制。

4.6.2.7 对硝基酚指示液:1 g/L。

4.6.3 仪器、设备

分光光度计:配有 2 cm 吸收池。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 工作曲线的绘制

在一组 100 mL 容量瓶中,加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00 mL 二氧化硅标准溶液,加水至 20 mL。加入 1 滴对硝基酚指示液,用硫酸溶液中和至无色,再加 6 mL 硫酸溶液,摇匀后,加入 2 mL 钼酸铵,摇匀。20 min 后,加入 8 mL 草酸-硫酸混合溶液,5 mL 抗坏血酸溶液,摇匀,放置 30 min,用水稀释至刻度,摇匀。

使用分光光度计,在 680 nm 波长下,以水调整测量各溶液的吸光度。

以二氧化硅含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.6.4.2 测定

用移液管移取 20 mL 试验溶液 B(4.5.4.2),置于 100 mL 容量瓶中,以下按 4.6.4.1 从“加入 1 滴对硝基酚指示液,……”开始,到“……测量其溶液的吸光度。”进行操作。同时作空白试验。

根据工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中二氧化硅的量。

4.6.5 分析结果的表述

以质量分数表示的二氧化硅(SiO_2)含量 X_7 按式(9)计算:

$$X_7 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times \frac{20}{200}} \times 100 = \frac{m_1 - m_0}{m} \dots\dots\dots(9)$$

式中: m_1 ——试验溶液中二氧化硅的质量,mg;

m_0 ——空白试验溶液(4.5.4.3)中二氧化硅的质量,mg;

m ——4.5.4.2 中的试料的质量,g。

4.6.6 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;优等品不大于 0.000 5%,一等品和合格品不大于 0.005%。

4.7 三氧化二铁含量的测定

4.7.1 方法提要

按 GB/T 3049—1986 第 2 章。

4.7.2 试剂和材料

按 GB/T 3049—1986 第 3 章和盐酸。

4.7.3 仪器、设备

按 GB/T 3049—1986 第 4 章。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 工作曲线的绘制

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

4.7.4.2 测定

用移液管移取 100 mL 试验溶液 B(4.5.4.2),置于 250 mL 烧杯中,用 1+1 盐酸溶液调至溶液呈微酸性,盖上表面皿,在沸水浴上蒸发至体积约 40 mL,冷却至室温,全部转移至 100 mL 容量瓶中,以下按 GB/T 3049—1986 的 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。

4.7.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同,并与试样同时进行同样处理,稀释至同体积的容量瓶中。

4.7.5 分析结果表述

以质量分数表示的氧化铁(Fe_2O_3) X_8 按式(10)计算:

$$X_8 = \frac{(m_1 - m_0) \times 1.430 \times 10^{-6}}{m \times \frac{100}{200}} \times 100$$

$$= \frac{(m_1 - m_0) \times 2.86 \times 10^{-4}}{m} \dots\dots\dots (10)$$

式中: m_1 ——试验溶液中铁的质量, μg ;

m_0 ——空白试验溶液中铁的质量, μg ;

m ——4.5.4.2 中的试料的质量, g ;

1.430——铁换算为氧化铁的系数。

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:优等品不大于 0.000 5%,一等品不大于 0.001%,合格品不大于 0.002%。

4.8 氧化镁含量的测定

4.8.1 方法提要

经无水碳酸钠熔融处理、溶解后的试料,在原子吸收分光光度计上,波长 285.2 nm 下,用空气-乙炔火焰测定。

4.8.2 试剂和材料

镁标准溶液:1 mL 溶液含有 0.01 mgMg。

用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的镁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.8.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有镁空心阴极灯。

4.8.4 分析步骤

在一组 100 mL 容量瓶中,各加入 5.00 mL 试验溶液 B(4.5.4.2),再加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 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,用空气-乙炔火焰,在波长为 285.2 nm 下,用空白试验溶液(4.5.4.3)调零测定上述各溶液的吸光度。

以加入标准溶液的浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制曲线,将曲线反向与横坐标相交,交点即为待测元素镁的含量。

4.8.5 分析结果的表述

以质量分数表示的氧化镁含量(MgO) X_9 按式(11)计算:

$$X_9 = \frac{m_1 \times 1.658 \times 10^{-3}}{m \times \frac{5}{200}} \times 100 = \frac{6.632 m_1}{m} \dots\dots\dots (11)$$

式中: m_1 ——用作图外延法求出的试验溶液中镁的质量, mg ;

m ——4.5.4.2 中的试料的质量, g ;

1.658——镁换算成氧化镁的系数。

4.8.6 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：优等品不大于 0.000 5%，一等品不大于 0.001%，合格品不大于 0.002%。

4.9 平均粒径的测定

4.9.1 方法提要

将通过处理后的钛酸钡粉体注射到粒度分布仪中，利用其离心沉降法与光透射法相结合的液相沉降法进行粒度及分布的测定。通过数据处理，计算粉体的平均粒径。

4.9.2 试剂和材料

4.9.2.1 六偏磷酸钠溶液：10 g/L（作分散剂）；

4.9.2.2 丙三醇溶液：

取 5 mL 丙三醇用水稀释至 200 mL。

4.9.3 仪器、设备

4.9.3.1 圆盘离心超细粒度分布仪（或配有微机）：测定范围为 0.02 μm ~150 μm ；

4.9.3.2 超声波清洗机；

4.9.3.3 玛瑙研钵；

4.9.3.4 精密温度计：分度值为 0.1℃；

4.9.3.5 医用注射器。

4.9.4 分析步骤

4.9.4.1 取适量的钛酸钡样品放入研钵中，加少量六偏磷酸钠溶液分散并研磨 3 min 左右。研磨后的样品，加入 5 mL 水，用超声波清洗机分散 5 min 后备用。

4.9.4.2 预先启动圆盘离心超细粒度分布仪 20 min 后，把 200 mL 丙三醇溶液注射到仪器圆盘中，再加入 1 mL 水作为缓冲液，然后运用变速按钮使其与沉降液局部混合，将原始参数输入微机。待仪器稳定后，取上述样品混合液（4.9.4.1）0.5 mL 注入仪器圆盘中离心沉降³⁾，此时计算机开始采样、处理、打印等程序⁴⁾，并绘出颗粒的累积百分数、平均粒径及粒度分布等结果。

注：

3) 把试样溶液注入圆盘后要仔细观察其沉降现象。在沉降过程中，如出现射流现象，其结果作废，需重新处理试样和改变测定条件重新进行测定。

4) 若仪器未配备微机，需数据处理，亦可根据记录仪绘制的记录曲线求出平均粒径。

4.9.5 分析结果的表述

平均粒径 D 按式(12)计算：

$$D = \sum d_i \times W_i \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中： d_i ——每个粒径档级的平均粒径， μm ；

W_i ——每个粒径档级的百分率分布，%。

4.9.6 允许差

实验室内测定的平均粒径的相对偏差不超过 1%。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

5.2 每批产品不超过 1 t。

5.3 按 GB/T 6678—1986 的 6.6 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 500 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、等级、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 电子工业用高纯钛酸钡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

出厂产品都符合本标准的要求。试验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应自两倍量的包装中重新采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

5.5 用 GB 1250—1989 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、包装、运输、贮存

6.1 电子工业用高纯钛酸钡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、等级、净含量及本标准编号。

6.2 每批出厂的电子工业用高纯钛酸钡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、等级、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。

6.3 电子工业用高纯钛酸钡采用纸板桶包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度为不小于 0.05 mm;外包装采用纸板桶,厚度为不小于 4 mm,其性能和检验方法应符合有关规定。每桶净含量 25 kg。如果用户对包装另有要求,协商解决。

6.4 电子工业用高纯钛酸钡的内包装塑料袋使用聚丙烯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。外包装桶用卡紧圈卡紧,插好插销。

6.5 电子工业用高纯钛酸钡在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋。

6.6 电子工业用钛酸钡应贮存在阴凉干燥处,防止雨淋。
