

ICS 71. 040. 30
G 62
备案号:34520—2012

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3033—2011

代替 HG/T 3033—1999

化学试剂 硫酸钡

Chemical reagent—Barium sulfate

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准代替 HG/T 3033—1999《化学试剂 硫酸钡》，与 HG/T 3033—1999 相比主要变化如下：

——改进了盐酸可溶物、氯化物、可溶性钡盐三项测定方法（1999 年版 5.1、5.3、5.8，本版的 5.3、5.5、5.10）；

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会（SAC/TC63/SC3）归口。

本标准负责起草单位：天津市产品质量监督检测技术研究院。

本标准主要起草人：王萍、刘爽、刘威、宋竞民、杨佳玲、赵伏生、曹志云。

本标准于 1977 年首次发布，于 1999 年第一次修订。

化学试剂 硫酸钡

分子式: BaSO₄

相对分子质量: 233.39(根据 2007 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂中硫酸钡的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂中硫酸钡的检验。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982)

GB/T 609 化学试剂 总氮量测定通用方法(neq GB/T 609—2006,ISO 6353-1:1982)

GB/T 610—2008 化学试剂 砷测定通用方法(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(mod GB/T 6682—2008,ISO 3696-1:1987)

GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(neq GB/T 9728—2007,ISO 6353-1:1982)

GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法(neq GB/T 9729—2007,ISO 6353-1:1982)

GB/T 9735 化学试剂 重金属测定通用方法(neq GB/T 9735—2008,ISO 6353-1:1982)

GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法(neq GB/T 9739—2006,ISO 6353-1:1982)

GB 15346 化学试剂 包装及标志

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为白色粉末,溶于热浓硫酸,不溶于水、有机酸、无机酸和碱溶液。

4 规格

硫酸钡的规格见表 1。

表 1 硫酸钡的规格

名 称	分 析 纯	化 学 纯
盐酸可溶物, $w/\%$	≤ 0.15	≤ 0.25
灼烧失重, $w/\%$	≤ 1.5	≤ 1.5
氯化物(Cl), $w/\%$	≤ 0.005	≤ 0.02
可溶性硫酸盐(以 SO_4 计), $w/\%$	≤ 0.005	≤ 0.03
总氮量(N), $w/\%$	≤ 0.005	≤ 0.01
砷(As), $w/\%$	$\leq 0.000\ 1$	≤ 0.001
铁(Fe), $w/\%$	$\leq 0.000\ 5$	≤ 0.001
可溶性钡盐(以 Ba 计), $w/\%$	$\leq 0.000\ 1$	$\leq 0.000\ 5$
重金属(以 Pb 计), $w/\%$	$\leq 0.000\ 5$	≤ 0.001

5 试验

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性和腐蚀性,一些试验过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和健康措施。

5.2 一般规定

本章中除另有规定外,所用标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称量,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.3 盐酸可溶物

5.3.1 试验溶液 A 制备

称取 20 g 样品,加 160 mL 水及 20 mL 盐酸溶液(20 %),在不断搅拌下,加热至沸,冷却,用慢速定性滤纸过滤,用盐酸溶液(1+20)洗涤,合并滤液及洗液,稀释至 200 mL。

5.3.2 测定方法

取 50 mL 试验溶液 A,置于已在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的蒸发皿中,在水浴上蒸干,于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重,残渣质量不得大于:

分析纯.....7.5 mg;
化学纯.....12.5 mg。

5.4 灼烧失重

称取 3 g 样品,精确至 0.000 1 g,置于已在 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒重的坩埚中,于 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至恒重。

灼烧失重的质量分数 w ,数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——灼烧前样品质量的数值,单位为克(g);
 m_2 ——灼烧恒重后样品质量的数值,单位为克(g)。

5.5 氯化物

5.5.1 试验溶液 B 的制备

称取 10 g 样品,加 100 mL 水,在不断搅拌下加热至沸 5 min,冷却,用慢速定性滤纸过滤,用热水洗

涤,合并滤液及洗液,稀释至 100 mL。

5.5.2 测定方法

取 2 mL 试验溶液 B,稀释至 20 mL 后,按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液:

分析纯.....0.01 mgCl;

化学纯.....0.04 mgCl。

稀释至 20 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.6 可溶性硫酸盐

取 6 mL(化学纯取 2 mL)试验溶液 B(5.5.1),稀释至 20 mL,加 0.5 mL 盐酸溶液(20 %)酸化后,按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的硫酸盐标准溶液:

分析纯.....0.03 mgSO₄;

化学纯.....0.06 mgSO₄。

稀释至 20 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.7 总氮量

取 10 mL(化学纯取 5 mL)试验溶液 B(5.5.1),稀释至 140 mL 后,按 GB/T 609 的规定测定。溶液所呈黄色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含 0.05 mg 的氮(N)标准溶液,稀释至 140 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.8 砷

称取 1 g 样品,加 60 mL 水及 5 mL 盐酸,注入定砷瓶中后,按 GB/T 610—2008 中 4.2 的规定测定。吸收液所呈紫红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的砷标准溶液:

分析纯.....0.001 mgAs;

化学纯.....0.010 mgAs。

与样品同时同样处理。

5.9 铁

取 10 mL 试验溶液 A(5.3.1),稀释至 15 mL,用氨水溶液(10 %)调节溶液的 pH 值至 2 后,按 GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铁标准溶液:

分析纯.....0.005 mgFe;

化学纯.....0.010 mgFe。

稀释至 15 mL,用盐酸溶液(15 %)调节溶液的 pH 值至 2 后,与调节后的试液同时同样处理。

5.10 可溶性钡盐

取 100 mL 试验溶液 A(5.3.1),在水浴上蒸干,残渣中加入 10 mL 热水及 2 滴盐酸进行浸取,用慢速定性滤纸过滤,用加入 2 滴盐酸的 10 mL 热水洗涤,合并滤液与洗液,在水浴上蒸干,加少量热水溶解残渣(必要时过滤),稀释至 10 mL,加 1 mL 硫酸溶液(10 %),放置 1 h。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的钡标准溶液:

分析纯.....0.01 mgBa;

化学纯.....0.05 mgBa。

稀释至 10 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.11 重金属

称取 2 g 样品,加 15 mL 水及 1 mL 硝酸溶液(10 %),煮沸,冷却,过滤,用水洗涤,合并滤液及洗液,用氨水溶液(10 %)调节溶液的 pH 值至 4 后,按 GB/T 9735 的规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铅标准溶液:

分析纯	0.01 mgPb;
化学纯	0.02 mgPb。

与调节 pH 值至 4 后的试液同时同样处理。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、储存与运输,并给出标志,其中:

- 包装单位:第 4 类;
 - 内包装形式:NB-4、NBY-4、NB-5、NBY-5、NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15;
 - 隔离材料:GC-2、GC-3;
 - 外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3。
-