

ICS 71. 100. 40
G 71
备案号: 16345—2005

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2340—2005

代替 HG/T 2340—1992

三盐基硫酸铅

Tribasic lead sulphate

2005-07-10 发布

2006-01-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准代替 HG/T 2340—1992《三盐基硫酸铅》。

本标准与 HG/T 2340—1992 的主要技术差异为：

——增加了白度项目和试验方法。白度测定使用数字白度仪，以蓝光白度表示。

——加热减量测定恒温时间由原来的恒温 2 h 改为恒温 1 h。

——贮存期由原来的半年改为一年。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会化学助剂分技术委员会归口。

本标准主要起草单位：温州天盛塑料助剂有限公司。

本标准参加起草单位：靖江市天龙化工有限公司、青岛红星化工集团自力实业公司、沈阳皓博实业有限公司、南京金陵化工厂有限责任公司。

本标准主要起草人：谢鹤鹏、孙克聪。

本标准于 1977 年首次发布，1992 年第一次修订，本次为第二次修订。

三盐基硫酸铅

1 范围

本标准规定了三盐基硫酸铅的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输及贮存。
本标准适用于氧化铅悬浮法加硫酸直接合成的粉状三盐基硫酸铅。
分子式： $3\text{PbO} \cdot \text{PbSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
相对分子质量：990.87(按 2001 年国际相对原子质量)

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 6003 试验筛
- GB/T 6678 化工产品采样总则
- GB/T 6679 固体化工产品采样总则
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 要求

三盐基硫酸铅应符合表 1 所示的技术要求。

表 1 三盐基硫酸铅的技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
外观	白色粉末无明显机械杂质	白色粉末无明显机械杂质	白色至微黄色粉末无明显机械杂质
铅含量(以 PbO 计),%	88.0~90.0	88.0~90.0	87.5~90.5
三氧化硫(SO ₃)含量, %	7.5~8.5	7.5~8.5	7.0~9.0
加热减量, % ≤	0.30	0.40	0.60
筛余物(0.075 mm), % ≤	0.30	0.40	0.80
白度, % ≥	90.0	90.0	—

4 试验方法

除非另有说明，分析中所用标准滴定溶液、制剂及制品，均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备，分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。
本标准中试验数据的表示方法和修约规则应符合 GB/T 1250 中修约值比较法的有关规定。

4.1 外观

在自然光下目测。

4.2 铅含量(以 PbO 计)测定

4.2.1 方法原理

试样经乙酸铵溶液溶解后,在 pH 5~6 的介质中,以二甲酚橙为指示液,用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液滴定铅。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 乙酸铵[631-61-8]溶液:300 g/L。

4.2.2.2 EDTA[6381-92-6]标准滴定溶液: $c(\text{EDTA})=0.05 \text{ mol/L}$ 。

4.2.2.3 二甲酚橙指示液:2 g/L。

4.2.3 分析步骤

称取试样约 0.3 g(精确到 0.000 2 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加入 15 mL 乙酸铵溶液,加热溶解并煮沸 1min。冷却后,加水 50 mL,加 3~5 滴二甲酚橙指示液,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由红色变为亮黄色即为终点。

4.2.4 结果计算

铅含量以氧化铅(PbO)的质量分数 W_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$W_1 = \frac{(V/1000)cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——EDTA 标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——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 ——氧化铅摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=223.2$)。

4.2.5 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,计算结果表示到小数点后两位。两次平行测定结果的差值不得大于 0.3%。

4.3 三氧化硫含量的测定

4.3.1 试剂和材料

4.3.1.1 氨三乙酸[139-13-9]溶液:20 g/L。称取 20 g 氨三乙酸,溶于适量无二氧化碳的水中,加中性红-亚甲基蓝混合指示液 3~4 滴,加 8 g 氢氧化钠使氨三乙酸溶解,再以 0.5 mol/L 氢氧化钠溶液调至溶液呈蓝紫色,pH 值约在 6.8~7.0 之间(或直接用酸度计调 pH 值),然后稀释至 1 000 mL 备用。氨三乙酸溶液的 pH 值一个月复查一次。

4.3.1.2 氢氧化钠[1310-73-2]溶液:0.5 mol/L。

4.3.1.3 盐酸[7647-01-0]标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.3.1.4 中性红-亚甲基蓝混合指示液:1 份 1 g/L 中性红乙醇溶液和 1 份 1 g/L 亚甲基蓝乙醇溶液混合均匀。

4.3.1.5 溴甲酚绿-甲基红混合指示液:3 份 1 g/L 溴甲酚绿乙醇溶液与 1 份 2 g/L 甲基红乙醇溶液混合均匀。

4.3.2 分析步骤

称取试样 0.5 g(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 锥形瓶中,用少量水湿润试样,加氨三乙酸溶液 30 mL,加热溶解。冷却后,加溴甲酚绿-甲基红混合指示液 4~6 滴,用 0.1 mol/L 盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为紫色即为终点。同时做空白试验。

4.3.3 结果计算

三氧化硫(SO₃)含量以质量分数 W₂ 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$W_2 = \frac{1}{2} \left\{ W_1 - \frac{[(V - V_0)/1000]cM}{m} \times 100 \right\} \times N \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- W₁——由 4.2 测得的氧化铅的质量分数,单位为百分数(%);
- V——试样消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- V₀——空白消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c——盐酸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——氧化铅摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M=223.2);
- N——三氧化硫摩尔质量的数值与氧化铅的摩尔质量的数值之比(N=0.3587)。

4.3.4 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,计算结果表示到小数点后两位。两次平行测定结果的差值不得大于 0.2%。

4.4 加热减量的测定

4.4.1 仪器和设备

- 4.4.1.1 称量瓶:φ50 mm,高 30 mm。
- 4.4.1.2 烘箱。
- 4.4.1.3 干燥器:内盛适量的干燥剂(如硅胶)。

4.4.2 分析步骤

在已于 105℃~110℃下干燥至恒重的称量瓶中,称取试样约 10 g(精确至 0.000 2 g),移至烘箱中,打开瓶盖,使称量瓶中待测样品层面与烘箱温度计的水银球处在同一水平面,横向距离不大于 100 mm,在 105℃~110℃下恒温 1 h。盖上瓶盖,取出称量瓶,置于干燥器内,冷却至室温,称量。

4.4.3 结果计算

加热减量以质量分数 W₃ 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$W_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- m₁——干燥前称量瓶及试样质量的数值,单位为克(g);
- m₂——干燥后称量瓶及试样质量的数值,单位为克(g);
- m——试样质量的数值,单位为克(g)。

4.4.4 允许差

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,计算结果表示到小数点后两位。两次平行测定结果的差值不得大于 0.06%。

4.5 筛余物的测定

4.5.1 仪器和设备

- 4.5.1.1 试验筛:符合 GB/T 6003 规定,φ75 mm×25 mm/0.075 mm。
- 4.5.1.2 软毛刷:毛长约 30 mm,宽 30 mm。
- 4.5.1.3 烘箱。
- 4.5.1.4 干燥器:内盛适量的干燥剂(如硅胶)。

4.5.2 分析步骤

称取约 50 g 试样(精确至 0.01 g)置于 200 mL 烧杯中,加水湿润,然后倾至试验筛中,用自来水和软毛刷小心冲刷,使能过筛的试样全部过筛。冲洗完毕,将筛余物连同试验筛置于烘箱中,在 105℃~

110℃下干燥1h,取出置于干燥器内,冷却至室温。然后将筛余物全部移入已恒重的表面皿中,称量。

4.5.3 结果计算

筛余物以质量分数 W_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$W_4 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——干燥后筛余物质量的数值,单位为克(g);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

4.6 白度的测定

4.6.1 定义

在规定的条件下,样品表面光反射率与标准白板表面光反射率的比值,以白度仪测得的样品白度值来表示。

4.6.2 原理

通过样品对蓝光的反射率与标准白板对蓝光的反射率进行对比,得到样品白度。

4.6.3 仪器

白度仪:有适合的样品盒及标准白板,能精确到0.1%。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 样品的准备

样品应进行充分的混合。

4.6.4.2 样品白板的制作

按白度仪所提供的样品盒装样,并根据白度仪所规定的方法制作样品白板。

4.6.4.3 白度仪的准备

按白度仪所规定的操作方法进行操作,用标有白度值的标准白板对白度仪进行校正。

4.6.4.4 测定

用白度仪对样品白板进行测定,记下白度值。

对同一样品进行二次以上测定。

4.6.5 结果计算

白度以白度仪测得的样品白度值表示。如允许差符合要求,取两次测定的算术平均值为结果。

4.6.6 允许差

连续两次测定结果之差不大于0.2%。

5 检验规则

5.1 检验分类

表1中规定的全部项目为出厂检验项目。

5.2 生产厂检验

本产品应由生产厂的质量检验部门按本标准检验合格后方可出厂,并应附有一定格式的质量证明书,其内容包括:产品名称、标准号、等级、生产厂名称、注册商标、批号、检验员代号。

5.3 组批规则

本产品以同等质量的均匀产品为一批。

5.4 采样

按GB/T 6678中要求确定采样单元数,按GB/T 6679规定采样。采样量不少于500g,置于两个清洁干燥的广口瓶中,贴上标签并注明产品名称、采样日期、批号、采样人。一瓶样品用于检验,一瓶样品保存备查。

5.5 复检

出厂检验结果中如有一项指标不符合本标准要求时,应从同批产品中重新自两倍量的包装件中采样进行复检,复检结果中即使只有一项指标不符合本标准要求,则判该批产品为不合格产品。

6 标志、包装、运输及贮存

6.1 标志

每个外包装袋上应有清晰牢固的标志,内容包括:产品名称、标准号、等级、生产厂名称、地址、注册商标、净含量、生产日期、批号。

6.2 包装

用复合塑料编织袋内衬塑料薄膜袋包装。
若需其他包装方式,则按照合同执行。

6.3 运输

在运输过程中应防止受潮、避免接触硫化物、包装袋不得损坏。

6.4 贮存

该产品应存放在通风、干燥的仓库中,不可露天堆放,防止受潮。在符合本标准规定的运输、贮存条件下,自生产之日起贮存期为一年。

(京)新登字 039 号

中华人民共和国
化工行业标准
三盐基硫酸铅
HG/T 2340—2005

*

化学工业出版社出版发行
(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)
购书咨询:(010)64982530
(010)64918013
购书传真:(010)64982630
<http://www.cip.com.cn>

*

新华书店北京发行所经销
北京云浩印刷有限责任公司印装
开本 880mm×1230mm 1/16 印张 4/5 字数 9 千字
2005 年 12 月第 1 版 2005 年 12 月北京第 1 次印刷
书号:155025·0304



版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者,本社发行部负责退换