

中华人民共和国化工行业标准

HG 2566—94

工业氢氧化钡

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业氢氧化钡的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业氢氧化钡。该产品主要用于石油加工、精制动植物油、精细化工、日用化工及生产钡盐等。

分子式： $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量：315.47(按 1989 年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法

GB/T 3051 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法

GB/T 6678 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

GB 8946 塑料编织袋

GB 8947 复合塑料编织袋

3 技术要求

3.1 外观：本品为白色结晶或结晶性粉末。

3.2 工业氢氧化钡应符合下表要求。

%(m/m)

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
氢氧化钡[以 $\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ 计]含量	≥ 98.0	96.0	95.0
碳酸钡(BaCO_3)含量	≤ 1.0	1.5	2.0
氯化物(以 Cl 计)含量	≤ 0.05	0.20	0.30
铁(Fe)含量	≤ 0.006	0.010	0.010
盐酸不溶物含量	≤ 0.05	—	
硫酸不沉淀物含量	≤ 0.5	—	
碘还原物(以 S 计)含量	≤ 0.1	—	

中华人民共和国化学工业部 1994-02-09 批准

1994-07-01 实施

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。

试验中所需标准滴定溶液、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。

4.1 氢氧化钡含量的测定

4.1.1 方法提要

样品加适量水溶解,以酚酞作指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 盐酸(GB/T 622)标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约 1mol/L。

4.1.2.2 酚酞(GB/T 10729)指示液:10g/L;

4.1.2.3 无二氧化碳的水。

4.1.3 分析步骤

称取约 3g 试样(精确至 0.0002g),置于 250mL 锥形瓶中。加 50mL 无二氧化碳的水溶解,加入 2 滴酚酞指示液,立即用盐酸标准滴定溶液滴定至红色消失为终点。保留此溶液(为溶液 A),用于碳酸钡含量的测定。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氢氧化钡 $[\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}]$ 含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{V \times c \times 0.1577}{m} \times 100 = \frac{15.77Vc}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V ——滴定消耗盐酸标准滴定溶液的体积,mL;

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

m ——试样质量,g;

0.1577——与 1.00mL 盐酸标准滴定溶液 $[c(\text{HCl}) = 1.000\text{mol/L}]$ 相当的以克表示的氢氧化钡 $[\text{Ba}(\text{OH})_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}]$ 的质量。

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 碳酸钡含量的测定

4.2.1 方法提要

在 4.1.3 条保留的溶液 A 中,加入溴酚蓝指示液,继续用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液颜色由蓝紫变黄,碳酸钡被中和完全。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 盐酸(GB/T 622)标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约 1mol/L;

4.2.2.2 溴酚蓝(HG/T 3-1224)指示液:0.4g/L。

4.2.3 仪器、设备

微量滴定管:分度值 0.02mL。

4.2.4 分析步骤

在 4.1.3 条保留的溶液 A 中,加入 10~12 滴溴酚蓝指示液。用微量滴定管,继续用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液颜色由蓝紫变黄,并维持 30s 不变即为终点。

4.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的碳酸钡 (BaCO_3) 含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{V \times c \times 0.0987}{m} \times 100 = \frac{9.87Vc}{m} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: V ——滴定消耗盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料质量, g;

0.098 7——与 1.00mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的碳酸钡 (BaCO_3) 的质量。

4.2.6 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不大于 0.2%。

4.3 氯化物含量的测定

4.3.1 汞量法(仲裁法)

4.3.1.1 试剂和材料

同 GB/T 3051 第 4 条。

4.3.1.2 仪器、设备

同 GB/T 3051 第 3 条。

4.3.1.3 分析步骤

称取约 5g 试样(精确至 0.01g), 置于锥形瓶中, 加 100mL 水, 加热溶解。冷却后, 加 4.5mL 1+1 硝酸溶液中和。加 2~3 滴溴酚蓝指示液; 如果溶液呈黄色, 滴加氢氧化钠溶液至蓝色, 再滴加 1+16 硝酸溶液至恰呈黄色, 并过量 2~6 滴; 如果溶液呈蓝色, 滴加 1+16 硝酸溶液至恰呈黄色, 再过量 2~6 滴; 加入 1mL 二苯偶氮碳酰肼指示液, 用硝酸汞标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2)$ 约为 0.05mol/L] 滴定至溶液由黄变为紫红色为终点。同时做空白试验。含汞废液按 GB/T 3051 附录 D 进行处理。

4.3.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化物(以 Cl 计)含量 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(V - V_0) \times c \times 0.03545}{m} \times 100$$

$$= \frac{3.545(V - V_0)c}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中: V ——滴定消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白试验消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料质量, g;

0.035 45——与 1.00mL 硝酸汞标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2)=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的氯(Cl)的质量。

4.3.1.5 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 0.01%。

4.3.2 比浊法

4.3.2.1 试剂和材料

4.3.2.1.1 硝酸(GB/T 626)溶液: 1+2;

4.3.2.1.2 硝酸银(GB/T 670)溶液: 17g/L;

4.3.2.1.3 糊精溶液: 20g/L;

4.3.2.1.4 氯化物标准溶液: 1mL 含 0.01mg 氯。用移液管移取 10mL 按 GB/T 602 配制的氯化物标准溶液置于 100mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液只限当日使用。

4.3.2.2 分析步骤

称取 $1.00 \pm 0.01\text{g}$ 试样, 置于 100mL 烧杯中, 加 25mL 水和 3mL 硝酸溶液, 加热溶解; 冷却后, 全部移入 250mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 干过滤; 用移液管移取 10mL 此试验溶液, 置于 50mL

比色管中,加入 5mL 硝酸溶液、0.2mL 糊精溶液、1mL 硝酸银溶液,加水至刻度,摇匀;于暗处放置 15min,所呈浊度不得大于标准比浊溶液的浊度。

标准比浊溶液的制备:用移液管移取适量氯化物标准溶液(优等品 2mL;一等品 8mL;合格品 12mL),置于 50mL 比色管中,与试验溶液同时同样处理。

4.4 铁含量的测定

4.4.1 方法提要

同 GB/T 3049 第 2 条。

4.4.2 试剂和材料

同 GB/T 3049 第 3 条。

4.4.3 仪器、设备

同 GB/T 3049 第 4 条。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 工作曲线的绘制

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

4.4.4.2 试验溶液的制备

称取约 3g 试样(精确至 0.01g),置于 100mL 烧杯中,加 15mL 水、20mL 1+1 盐酸溶液、5 滴硝酸,加热煮沸 5min;冷却后,过滤于 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4.4.3 空白试验溶液的制备

除不加试样外,其他操作同 4.4.4.2 条。

4.4.4.4 测定

用移液管移取 25mL 试验溶液和相同体积的空白试验溶液分别置于 100mL 容量瓶中,按 GB/T 3049 第 5.4 条的规定,从“必要时加水至约 60mL”开始进行操作。

4.4.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量 X_1 按式(4)计算:

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times \frac{25}{100}} \times 100$$

$$= \frac{0.4(m_1 - m_0)}{m} \dots\dots\dots (4)$$

式中: m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度从工作曲线上查出的铁量,mg;

m_0 ——根据测得的试剂空白溶液吸光度从工作曲线上查出的铁量,mg;

m ——试样质量,g。

4.4.4.6 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不大于 0.002%。

4.5 盐酸不溶物含量的测定

4.5.1 试剂和材料

4.5.1.1 盐酸(GB/T 622)。

4.5.1.2 硝酸银(GB/T 670)溶液:17g/L。

4.5.2 仪器、设备

坩埚式过滤器:滤板孔径 5~15 μ m。

4.5.3 分析步骤

称取约 5g 试样(精确至 0.01g)置于 100mL 烧杯中,加 20mL 水,7mL 盐酸溶解;用已于 105~110℃烘干至恒重的坩埚式过滤器过滤,用热水洗至无氯离子为止(用硝酸银溶液检验);于 105~110℃

烘干至恒重。

4.5.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的盐酸不溶物含量 X_5 按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \text{..... (5)}$$

式中: m_2 ——残渣和坩埚式过滤器的质量, g;

m_1 ——坩埚式过滤器的质量, g;

m ——试料质量, g。

4.5.5 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 0.01%。

4.6 硫酸不沉淀物含量的测定

4.6.1 试剂和材料

4.6.1.1 盐酸(GB/T 622);

4.6.1.2 硫酸(GB/T 625)溶液: 1+15。

4.6.2 分析步骤

称取约 2g 试样(精确至 0.01g), 置于 250mL 烧杯中, 加 100mL 水、2mL 盐酸溶解, 煮沸; 在不断搅拌下加入 8mL 预先温热的硫酸溶液, 在水浴上加热 30min, 冷却后全部移入 250mL 容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀; 干过滤, 弃去最初 20mL 滤液。用移液管移取 50mL 滤液, 置于已于 800℃灼烧至恒重的 100mL 蒸发皿中, 加热蒸发至干。于 800℃灼烧至恒重。

4.6.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸不沉淀物含量 X_6 按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{m_2 - m_1}{m \times \frac{50}{250}} \times 100 = \frac{500(m_2 - m_1)}{m} \quad \text{..... (6)}$$

式中: m_2 ——残渣和蒸发皿的质量, g;

m_1 ——蒸发皿的质量, g;

m ——试料质量, g。

4.6.4 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 0.1%。

4.7 碘还原物含量的测定

4.7.1 试剂和材料

4.7.1.1 盐酸(GB/T 622)溶液: 2+1;

4.7.1.2 碘(GB/T 675)溶液: $c(\frac{1}{2}I_2)$ 约 0.1mol/L;

4.7.1.3 硫代硫酸钠(GB/T 637)标准滴定溶液: $c(Na_2S_2O_3)$ 约 0.1mol/L;

4.7.1.4 淀粉指示液: 10g/L。

4.7.2 分析步骤

于 250mL 碘量瓶中, 加入 20mL 盐酸溶液, 用移液管加入 10mL 碘溶液, 混匀; 称取约 4g 试样(精确至 0.01g), 加 100mL 水溶解后, 全部转移到上述混合溶液中, 盖好瓶盖, 摇匀; 迅速用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定, 溶液呈浅黄色时加入 1~2mL 淀粉指示液, 继续滴定溶液至蓝色消失为终点, 同时做空白试验。

4.7.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的碘还原物(以 S 计)含量 X_7 按式(7)计算:

$$X_7 = \frac{c(V_0 - V) \times 0.016\ 03}{m} \times 100$$

$$= \frac{1.603(V_0 - V)c}{m} \dots\dots\dots (7)$$

式中: c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_0 ——空白试验消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V ——滴定消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料质量, g;

0.016 03——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的硫(S)的质量。

4.7.4 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 0.02%。

5 检验规则

5.1 工业氢氧化钡产品应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的工业氢氧化钡都符合本标准要求。每批出厂的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、净重、等级、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明及标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业氢氧化钡产品进行验收。

5.3 每批产品不超过 5t。

5.4 按照 GB/T 6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。采样时, 将采样器自包装件的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样, 将所采的样品混匀后, 按四分法缩分至约 500g, 分装于两个清洁、干燥的带磨口塞的广口瓶中, 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。一瓶用于检验, 另一瓶保存三个月备查。

5.5 检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采样核验, 核验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求, 则整批产品不能验收。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时, 按《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

5.7 采用 GB 1250 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 工业氢氧化钡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、商标、净重、等级、批号或生产日期, 以及 GB 190 规定的“有毒品”标志和本标准编号。

6.2 工业氢氧化钡产品采用塑料编织袋或复合塑料编织袋包装。外袋采用塑料编织袋(B型或C型), 经纬密度 64 根×64 根/10cm, 内袋为两层聚乙烯薄膜袋, 袋厚不小于 0.1mm; 外袋采用复合塑料编织袋(B型或C型), 经纬密度 64 根×64 根/10cm, 涂膜厚度不小于 0.05mm, 内袋为一层聚乙烯薄膜袋, 袋厚不小于 0.1mm。内袋包装容积均应大于外袋。对每批包装材料都应抽样检验, 其性能和检验方法应符合 GB 8946、GB 8947 的规定, 每袋净重为 25kg 或 50kg。

6.3 包装内袋采用双层扎口或封口, 保证封口严密, 外袋采用缝包机缝口, 针距不大于 10mm, 缝线整齐, 针距均匀, 无漏缝和跳线现象。

6.4 工业氢氧化钡产品在运输过程中应有遮盖物, 注意避免可使产品变质或使包装损坏的物品混运。

6.5 工业氢氧化钡产品应贮存在通风干燥的仓库内。防止雨淋、避免可使产品变质或使包装损坏的物品混存。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院、青岛红星化工集团自力化工厂、侯马新星化工厂负责起草。

本标准主要起草人黄家栩、范国强、刘育、柴红霞。

本标准参照采用日本工业标准 JISK 1417—61(88)《氢氧化钡》。