

ICS 71.060.50

CCS G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2774—XXXX

工业改性超细沉淀硫酸钡

Modified ultrafine precipitated barium sulphate for industrial use

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部

发布

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。

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。

本文件代替 HG/T 2774—2009《工业改性超细沉淀硫酸钡》。

本文件与 HG/T 2774—2009 的主要技术差异：

- 修改了范围（见第1章，2009版的第1章）；
- 增加了分类（见第5章）；
- 调整了部分硫酸钡（ BaSO_4 ）含量、105℃挥发物、水溶物、铁、白度、pH、吸油值的指标要求（见6.2，2009版的）；
- 增加了分散性指标要求及试验方法（见6.2、7.10）；
- 删除了粒径小于 $20\ \mu\text{m}$ C^a （见2009版的4.2）。

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：

- 本文件于1996年首次发布，2009年第一次修订。
- 本次为第二次修订。

工业改性超细沉淀硫酸钡

1 范围

本文件规定了工业改性超细沉淀硫酸钡的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本文件适用于工业改性超细沉淀硫酸钡。

注：该产品主要用于涂料、油墨、颜料、橡胶行业中，用作填料。用于塑料行业中，用作色母粒、透明功能母粒的填充剂。

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 1717—1986 颜料水悬浮液pH值的测定

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法

GB/T 5211.2 颜料水溶物测定法 热萃取法

GB/T 5211.3 颜料和体质颜料通用试验方法 第3部分：105℃挥发物的测定

GB/T 5211.15—2014 颜料吸油量的测定

GB/T 5950—2008 建筑材料与非金属矿产品白度试验方法通则

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 21867.2—2008 颜料和体质颜料 分散性的评定方法 第2部分：由研磨细度的变化进行评定

GB/T 21868.5 颜料和体质颜料 评定分散性用的分散方法 第5部分：用自动平磨机分散

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：BaSO₄

相对分子质量：233.40（按2018年国际相对原子质量）

5 分类

工业改性超细沉淀硫酸钡分为两种类型：I 型主要用于塑料行业，II 型主要用于涂料行业。

6 要求

6.1 外观：无定形白色粉末。

6.2 工业改性超细沉淀硫酸钡按照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			
	I 型		II 型	
	优等品	一等品	优等品	一等品
硫酸钡 (BaSO ₄) (以干基计) <i>w</i> /%	≥	95.0	95.0	95.0
105 °C 挥发物 <i>w</i> /%	≤	0.3	0.3	0.5
水溶物 <i>w</i> /%	≤	0.3	0.3	0.5
铁 (Fe) <i>w</i> /%	≤	0.003	0.002	0.004
白度	≥	96	96	94
吸油量 g/100 g	10~30		10~30	
pH 值 (100 g/L 悬浮液)	6~10		6~10	
分散性/ μm	≤	30	40	60
中位粒径 (D ₅₀) / μm	≤	0.3	0.4	0.7

7 试验方法

警示：本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作者须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。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。

7.1 一般规定

本文件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—2008 中规定的三级水。试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

7.2 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。

7.3 硫酸钡含量的测定

7.3.1 原理

将试样与碳酸钠和碳酸钾的混合物在高温下熔融，硫酸钡转化成碳酸钡，用盐酸将碳酸钡溶解生成氯化钡，然后用硫酸钡重量法测定。

7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 熔融混合物：将无水碳酸钠和碳酸钾按 1+1 混合。

7.3.2.2 碳酸钠溶液：2 g/L。

7.3.2.3 硫酸溶液：1+9。

7.3.2.4 盐酸溶液：1+4。

7.3.2.5 氨水溶液：1+1。

7.3.2.6 氯化钡溶液：120 g/L。

7.3.2.7 硝酸银溶液：20 g/L。

7.3.2.8 甲基橙指示液：1 g/L。

7.3.3 仪器设备

7.3.3.1 铂坩埚：具盖。

7.3.3.2 高温电炉：温度能控制在 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 和 $600\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.3.4 试验步骤

称取约 1g 按 7.4 烘干的试样，精确至 0.000 2 g，置于已加入 4 g 熔融混合物的铂坩埚中，混匀，然后再覆盖 4 g 熔融混合物，盖上坩埚盖子，将坩埚置于高温电炉内，于 $800\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下熔融 40 min，取出冷却。置于 250 mL 烧杯中，用 100 mL~150 mL 热水浸取熔融物，用包橡皮头的玻璃棒将全部白色熔融物转移至烧杯中。加热煮沸至熔融物松散，静置片刻，用慢速定量滤纸先将上层清液过滤，然后以热的碳酸钠溶液用倾析法洗涤不溶物，并将其转移至滤纸上，继续用热的碳酸钠溶液洗至滤液无硫酸根为止（检验方法：取 2 mL 滤液，加 2 滴盐酸溶液和 0.5 mL 氯化钡溶液，10 min 后溶液应保持透明），弃去滤液。用 30 mL 热的盐酸溶液分六次加到漏斗内溶解沉淀，滤液收集于 500 mL 烧杯中，每加一次盐酸溶液后用热水洗涤一次，盐酸溶液全部加完后，用热水洗涤漏斗上的滤纸至无氯离子为止（检验方法：取 2 mL 滤液，加 0.5 mL 硝酸银溶液，5 min 后应保持透明）。加 2 滴~3 滴甲基橙指示液于滤液中，用氨水中和至恰成淡黄色，加 2 mL 盐酸溶液，最后加水调整溶液体积为 400 mL。

将溶液加热至沸，在搅拌下以均匀速度加 20 mL 热硫酸溶液，控制在 2 min~2.5 min 内加完，盖好烧杯，在温热处静置 3 h 或放置过夜，用慢速定量滤纸过滤，沉淀以热水洗涤至滤液无氯离子为止（检验方法同前）。将沉淀连同滤纸置于已于 $600\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定的瓷坩埚内，干燥、灰化，并在高温电炉内于 $600\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定。

7.3.5 试验数据处理

硫酸钡含量以硫酸钡 (BaSO_4) 的质量分数 w_1 计, 按公式 (1) 计算:

$$w_1 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——沉淀的质量的数值, 单位为克 (g);

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不大于0.2 %。

7.4 105℃挥发物的测定

按GB/T 5211.3进行测定。计算结果表示到小数点后两位。

7.5 水溶物的测定

称取约10 g试样, 精确至0.01 g, 按GB/T 5211.2的规定进行测定。计算结果表示到小数点后两位。

7.6 铁含量的测定

7.6.1 原理

在盐酸介质中, 用抗坏血酸将 Fe^{3+} 还原为 Fe^{2+} , 在pH 2~pH 9时, Fe^{2+} 与1,10-菲罗啉生成橙红色络合物, 在分光光度计上于510 nm处测定吸光度。

7.6.2 试剂或材料

7.6.2.1 无水乙醇。

7.6.2.2 盐酸溶液: 1+1。

7.6.2.3 氨水溶液: 1+9。

7.6.2.4 无水乙醇。

其他试剂同 GB/T 3049—2006 中第 5 章。

7.6.3 仪器设备

分光光度计: 带有光程为4 cm的比色皿。

7.6.4 试验步骤

7.6.4.1.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定, 使用 4 cm 的吸收池及相应的铁标准溶液用量, 绘制工作曲线。

7.6.4.1.2 试验溶液的制备

称取约10 g试样, 精确至0.01 g, 置于200 mL烧杯中, 加入100 mL水 (如试样在水中难润湿, 预先在试样上滴加适量的无水乙醇)、10 mL盐酸溶液 (见7.6.2.1), 在搅拌下煮沸10 min, 冷却。全部转移至250 mL容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。干过滤, 弃去初始的20 mL滤液, 保留滤液为试验溶液。

同时做空白试验。除不加试料外，其他加入的试剂的种类和量与试验溶液完全相同，并与试验溶液同样处理。

7.6.4.1.3 试验

用移液管移取25 mL试验溶液和空白试验溶液，分别置于2个100 mL容量瓶中，加水至约60 mL，用氨水溶液（见7.6.2.2）调节pH约为2，（用精密pH试纸检验）。以下按GB/T 3049—2006中6.3.2所述，从“加1 mL抗坏血酸溶液……”开始进行操作。

使用4 cm的吸收池，按GB/T 3049—2006中6.3.3的规定测量吸光度。

7.6.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）的质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0)}{m \times 1000 \times \frac{25}{250}} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度从工作曲线上查得的铁的质量，单位为毫克（mg）；

m_0 ——根据测得的空白试验溶液吸光度从工作曲线上查得的铁的质量，单位为毫克（mg）；

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不大于0.000 5 %。

7.7 白度的测定

7.7.1 原理

将试样用压样器制成白板，与用氧化镁白度标样制成的标准白板比较，在白度仪上测白度值。

7.7.2 仪器设备

7.7.2.1 白度仪：同 GB/T 5950—2008 第 5 章的规定。

7.7.2.2 标准白板：同 GB/T 5950—2008 第 6 章的规定。

7.7.3 试验步骤

取一定量的试样放入压样器中，压制成表面平整、无纹理、无疵点、无污点的试样板。每批产品需压制3件试样板。

按仪器的使用说明预热稳定仪器，调零，用工作标准白板调校仪器。将试样板置于仪器上测定试样的白度。

7.7.4 试验数据处理

同GB/T 5950—2008第9章中的规定，采用蓝光白度公式计算。

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1.0。

7.8 吸油量的测定

7.8.1 试剂或材料

同 GB/T 5211.15—2014 第 4 章。

7.8.2 仪器设备

同 GB/T 5211.15—2014 第 5 章。

7.8.3 试验步骤

称取约 10 g 试样，精确至 0.01 g，置于平板上，从已知质量（精确至 0.01 g）的盛有亚麻仁油的滴瓶中吸取亚麻仁油滴加到试样上，一次加 4 滴～5 滴，每次加完油后用调刀不断进行研磨，近终点时应逐滴加入。当加完最后一滴时，试样为油所润湿并形成一整团，铺展时不裂不碎，又能粘附在平板上即为终点。全部操作应在 20 min～25 min 内完成，最后称量滴瓶。

7.8.4 试验数据处理

吸油量以质量分数 w_3 计，数值以 g/100g 表示，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——消耗精制亚麻仁油的质量，单位为克（g）；

m ——试样质量的数值，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 1.0 g/100 g。

7.9 pH 的测定

7.9.1 试剂或材料

同 GB/T 1717—1986 第 1 章。

7.9.2 仪器设备

同 GB/T 1717—1986 第 2 章。

7.9.3 试验步骤

称取 $10 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于玻璃容器中，加入 90 mL 无二氧化碳水。按 GB/T 1717—1986 第 3 章的规定进行测定，将静置 5 min 改为静置 10 min。

7.10 分散性的测定

按 GB/T 21867.2—2008 的规定进行测定。GB/T 21867.2—2008 中第 6.1 章条按 GB/T 21868.5 的规定进行分散。

7.11 中位粒径的测定

7.11.1 原理

样品经分散剂分散，用激光粒度测定仪测定中位粒径。

7.11.2 试剂或材料

7.11.2.1 无水乙醇。

7.11.2.2 六偏磷酸钠溶液：5 g/L。

7.11.3 仪器设备

7.11.3.1 激光粒度测定仪。

7.11.3.2 超声波细胞粉碎机。

7.11.4 试验步骤

称取约 0.5 g 试样，置于烧杯中（如试样在水中难润湿，在试样上滴加约 1 mL 无水乙醇），加入 2 mL 六偏磷酸钠溶液、加水至约 50 mL。在超声波细胞粉碎机振荡约 15 min。

按仪器说明书规定的程序开启仪器，将分散后的溶液放入被测器皿中，按照仪器的测定程序测定中位粒径（ D_{50} ）试验数据处理。

8 检验规则

8.1 本文件规定的所有指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 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类型、同一等级的工业改性超细沉淀硫酸钡为一批，每批产品不超过 60 t。

8.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时将采样器自包装袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将所采样品混匀，用四分法缩分至约 1000 g，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、分型、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验，另一份保存三个月备查。

8.4 检验结果如有指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装中采样复验，复验结果即使有一项指标不符合本文件要求时，则整批产品为不合格品。

8.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本文件。

9 标志、标签

9.1 工业改性超细沉淀硫酸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、类型、等级、净含量、批号或生产日期、保质期、本文件编号以及 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”“怕雨”标志。

9.2 每批出厂的工业改性超细沉淀硫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、类型、等级、净含量、批号或生产日期、保质期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 工业改性超细沉淀硫酸钡采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，外包装采用塑料编织袋。内袋口折边牢固缝合，或用与其相当的方式封口；外袋应牢固缝合。每袋净含量 25 kg 或 50 kg，或根据用户要求确定包装方式和净含量。

10.2 工业改性超细沉淀硫酸钡在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮。

10.3 工业改性超细沉淀硫酸钡应贮存于通风干燥的库房内，并需下垫垫层，防止受潮。

10.4 工业改性超细沉淀硫酸钡在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下，从出生产之日起，保质期不少于 12 个月。
