



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 1617—2023

代替 GB/T 1617—2014

## 工业氯化钡

Barium chloride for industrial use

2023-09-07 发布

2024-04-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 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。

本文件代替 GB/T 1617—2014《工业氯化钡》，与 GB/T 1617—2014 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 删除了 I 类一等品指标，I 类产品不分等级(见 2014 年版的 5.2)；
- b) 更改了 I 类、II 类一等品中硫化物含量指标要求(见 6.2, 2014 年版的 5.2)；
- c) 更改了 II 类一等品中铁含量指标要求(见 6.2, 2014 年版的 5.2)；
- d) 更改了 I 类水不溶物含量指标要求(见 6.2, 2014 年版的 5.2)；
- e) 增加了硫酸钡重量法测定氯化钡含量的方法(见 7.3.2)；
- f) 删除了 EDTA 络合滴定法(II 类)(见 2014 年版的 6.5.2)；
- g) 增加了电感耦合等离子体发射光谱法测定锶、钙、铁、钠含量的方法(见 7.10)；
- h) 删除了保质期内容(见 2014 年版的 9.4)；
- i) 删除了安全内容(见 2014 年版的第 10 章)。

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(SAC/TC 63)归口。

本文件起草单位：中海油天津化工研究设计院有限公司、贵州红星发展股份有限公司、山东信科环化有限责任公司、重庆市鲁渝矿业发展有限公司、宜昌华昊新材料科技有限公司、宜宾金通化工科技有限公司、深州嘉信化工有限责任公司、自贡市大成电子材料有限公司、竹山县秦巴钡盐有限公司。

本文件主要起草人：丁灵、曾开文、王经镇、江超、林福平、曹金成、孙跃荣、程胜、赵国旗、万洋、韩效冲、陈周、任阔、杨林艳。

本文件于 1965 年首次发布，1979 年第一次修订，1989 年第二次修订，2002 年第三次修订，2014 年第四次修订，本次为第五次修订。

# 工业氯化钡

**警告:**根据 GB 12268—2012 中表 A.1 的规定,本产品属于第 6 类 6.1 项毒性物质,操作时应小心谨慎。使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本文件规定了工业氯化钡的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签和随行文件、包装、运输和贮存。

本文件适用于工业氯化钡。

注:该产品主要用于金属热处理、钡盐制造、杀虫剂、脱水剂、电子、仪表、冶金、造纸、颜料、橡胶、塑料、陶瓷、炼油、石油化工等行业以及氯碱工业除盐水中硫酸根等。

## 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 190 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

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 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 15258 化学品安全标签编写规定

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第 1 部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第 3 部分:试剂及制品的制备

## 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:BaCl<sub>2</sub> · 2H<sub>2</sub>O。

相对分子质量:244.26(按 2022 年国际相对原子质量)。

## 5 分类

工业氯化钡根据用途分为两类:

- I 类为高纯氯化钡;
- II 类为普通氯化钡。

## 6 要求

6.1 外观:白色的片状或粉状结晶。

6.2 工业氯化钡化学成分含量及等级应符合表 1 的规定。

表 1

| 项目  | I 类           | II 类  |       |
|---|---------------|-------|-------|
|   |               | 优等品   | 一等品   |
| 氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) $w/\%$ | $\geq 99.5$   | 99.0  | 98.0  |
| 锶(Sr) $w/\%$  | $\leq 0.003$  | 0.15  | 0.30  |
| 钙(Ca) $w/\%$  | $\leq 0.002$  | 0.036 | 0.090 |
| 硫化物(以 S 计) $w/\%$                                       | $\leq 0.0008$ | 0.003 | 0.006 |
| 铁(Fe) $w/\%$  | $\leq 0.0005$ | 0.001 | 0.002 |
| 水不溶物 $w/\%$   | $\leq 0.015$  | 0.05  | 0.10  |
| 钠(Na) $w/\%$  | $\leq 0.005$  | —     | —     |

## 7 试验方法

### 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 中表 1 规定的三级水。试验用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 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检验外观。

### 7.3 氯化钡含量的测定

#### 7.3.1 铬酸钡重量法(仲裁法)

##### 7.3.1.1 原理

用乙酸铵调节溶液的 pH,在乙酸铵溶液和氨水溶液中重铬酸钾与氯化钡均匀生成铬酸钡沉淀,根据铬酸钡沉淀的质量计算氯化钡的含量。

### 7.3.1.2 试剂或材料

7.3.1.2.1 盐酸溶液:1+11。

7.3.1.2.2 重铬酸钾溶液:50 g/L。

7.3.1.2.3 乙酸铵溶液:75 g/L。

7.3.1.2.4 氨水溶液:1+27。

7.3.1.2.5 硝酸银溶液:17 g/L。

### 7.3.1.3 仪器设备

7.3.1.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径 5 μm~15 μm。

7.3.1.3.2 电热恒温干燥箱:控制温度 133 °C ± 2 °C。

### 7.3.1.4 试验步骤

称取约 7 g 试样,精确到 0.000 2 g,置于烧杯中,加水溶解,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤,弃去 25 mL 前滤液。用移液管移取 50 mL 滤液,置于 400 mL 烧杯中。加 5 mL 盐酸溶液,加入 100 mL 水和 15 mL 重铬酸钾溶液,加热煮沸。在微沸状态下一边搅拌一边缓慢滴加 10 mL 乙酸铵溶液(3 min~4 min 内滴完),保温 5 min,继续在微沸状态下一边搅拌一边滴加 15 mL 氨水溶液(2 min~3 min 内滴完)。在约 80 °C 的水浴中静置 30 min 后,取出,迅速冷却至室温。用已于 133 °C ± 2 °C 下烘干至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,用含少量氨水溶液的蒸馏水(pH 为 7~8)洗涤沉淀至无氯离子反应(用硝酸银溶液检查),将玻璃砂坩埚和沉淀于 133 °C ± 2 °C 下烘干至质量恒定。

### 7.3.1.5 试验数据处理

氯化钡含量以氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )的质量分数  $w_1$  计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{0.964\ 2 \times (m_1 - m_2)}{m \times (50/500)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$m_1$  ——干燥后铬酸钡及玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$  ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

$m$  ——试样的质量的数值,单位为克(g);

0.964 2 ——铬酸钡( $\text{BaCrO}_4$ )换算成氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )的系数。

取两次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应大于 0.2%。

## 7.3.2 硫酸钡重量法

### 7.3.2.1 原理

在酸性条件下试样溶液与硫酸反应使  $\text{Ba}^{2+}$  完全转化成硫酸钡,根据硫酸钡的质量计算氯化钡的含量。

### 7.3.2.2 试剂或材料

7.3.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

7.3.2.2.2 硫酸溶液:1+15。

7.3.2.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。

### 7.3.2.3 仪器设备

7.3.2.3.1 高温炉:温度能控制在  $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.3.2.3.2 电热恒温水浴:温度能控制在  $78\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 82\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

### 7.3.2.4 试验步骤

称取  $0.6\text{ g}$  试样,精确至  $0.0002\text{ g}$ ,置于  $300\text{ mL}$  烧杯中,加入  $30\text{ mL}$  水以及  $2\text{ mL}$  盐酸溶液,将溶液加热至沸,用慢速定量滤纸过滤,用热水洗涤残渣至无氯离子(用硝酸银溶液检验)。收集滤液及洗液于  $500\text{ mL}$  烧杯中,加水至溶液体积约为  $300\text{ mL}$ 。在搅拌下以均匀速度加  $10\text{ mL}$  热硫酸溶液,盖上表面皿。移至约  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  恒温水浴中保温  $1\text{ h}$ 。然后用慢速定量滤纸过滤,用热水洗涤沉淀至滤液无氯离子(用硝酸银溶液检验)。将沉淀连同滤纸置于预先于  $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$  灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,在电炉上低温干燥、灰化,然后置于  $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$  的高温炉中灼烧至质量恒定。

### 7.3.2.5 试验数据处理

氯化钡含量以氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )的质量分数  $w_1$  计,按公式(2)计算:

$$w_1 = \frac{m_3 - m_4}{m} \times 1.047 \times 100\% - w_2 \times 2.788 \dots \dots \dots (2)$$

式中:

$m_3$  ——沉淀与瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

$m_4$  ——瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

$m$  ——试料的质量的数值,单位为克(g);

$w_2$  ——由 7.4 或 7.10 测定出的试样中锶的质量分数;

1.047——硫酸钡( $\text{BaSO}_4$ )换算成氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )的系数;

2.788——锶(Sr)换算成氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )的系数。

取两次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应大于  $0.2\%$ 。

## 7.4 锶含量的测定

### 7.4.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

#### 7.4.1.1 原理

将试样溶解于水,在盐酸介质中,采用标准加入法,用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计  $460.7\text{ nm}$  波长处,测定锶含量。

#### 7.4.1.2 试剂或材料

7.4.1.2.1 盐酸溶液:1+11。

7.4.1.2.2 氯化钾溶液:10 g/L。

7.4.1.2.3 锶标准溶液:1 mL 溶液含锶(Sr)0.05 mg,用移液管移取  $5\text{ mL}$  按 HG/T 3696.2 配制的锶标准贮备溶液,置于  $100\text{ mL}$  容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,该溶液现用现配。

7.4.1.2.4 水:符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

#### 7.4.1.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有锶空心阴极灯。

#### 7.4.1.4 试验步骤

##### 7.4.1.4.1 试验溶液的制备

称取一定量的试样(I类约10 g、II类约0.6 g),精确至0.000 2 g。置于100 mL烧杯中,加适量水溶解,加入5 mL盐酸溶液,移入100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

##### 7.4.1.4.2 测定

分别移取试验溶液(I类10.00 mL,II类优等品10.00 mL、II类一等品5.00 mL),置于6个100 mL容量瓶中,再分别加入0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL锶标准溶液和4 mL氯化钾溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件,于波长460.7 nm处,用水调零,测定其吸光度。以锶质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交处,即为试验溶液中锶的质量。

##### 7.4.1.5 试验数据处理

锶含量以锶(Sr)质量分数 $w_2$ 计,按公式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_5 \times 10^{-3}}{m \times (V_1/100)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

$m_5$ ——试验溶液中锶的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试样的质量的数值,单位为克(g);

$V_1$ ——移取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

取两次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为:I类不大于0.000 5%,II类不大于0.015%。

#### 7.4.2 电感耦合等离子体发射光谱法

按7.10规定的方法进行测定。

#### 7.5 钙含量的测定

##### 7.5.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

###### 7.5.1.1 原理

将试样溶解于水,以硝酸镧为释放剂,在盐酸介质中,采用标准加入法,用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计422.7 nm波长处,测定钙含量。

###### 7.5.1.2 试剂或材料

7.5.1.2.1 盐酸溶液:1+11。

7.5.1.2.2 硝酸镧溶液:10 g/L,称取10.0 g硝酸镧,溶于水,稀释至1 000 mL。

7.5.1.2.3 钙标准溶液:1 mL溶液含钙(Ca)0.1 mg,用移液管移取10 mL按HG/T 3696.2配制的钙标准储备溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

7.5.1.2.4 水:符合GB/T 6682—2008中规定的二级水。

### 7.5.1.3 仪器设备

原子吸收分光光度计：配有钙空心阴极灯。

### 7.5.1.4 试验步骤

#### 7.5.1.4.1 试验溶液的制备

称取一定量的试样（I类约10 g、II类约2 g），精确至0.000 2 g。置于100 mL烧杯中，加少量水溶解；加入5 mL盐酸溶液，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 7.5.1.4.2 测定

用移液管分别移取10 mL试验溶液，置于6个100 mL容量瓶中，再分别加入0 mL、0.01 mL、0.02 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL钙标准溶液，再加入2 mL硝酸镧溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件，于波长422.7 nm处，用水调零，测定其吸光度。以钙质量(mg)为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，将曲线反向延长与横坐标相交处，即为试验溶液中钙的质量。

#### 7.5.1.5 试验数据处理

钙含量以钙(Ca)质量分数 $w_3$ 计，按公式(4)计算：

$$w_3 = \frac{m_6 \times 10^{-3}}{m \times (10/100)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中：

$m_6$ ——试验溶液中钙的质量的数值，单位为毫克(mg)；

$m$ ——试样的质量的数值，单位为克(g)。

取两次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为：I类不大于0.000 5%，II类不大于0.003%。

### 7.5.2 电感耦合等离子体发射光谱法

按7.10规定的方法进行测定。

## 7.6 硫化物含量的测定

### 7.6.1 原理

硫化物与碘发生氧化还原反应，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘从而测定试样中的硫化物含量。

### 7.6.2 试剂或材料

7.6.2.1 碘溶液：6.5 g/L，称量6.5 g碘和17 g碘化钾，溶于水中，用水稀释至1 000 mL，保存于带塞的棕色瓶中。

7.6.2.2 冰乙酸溶液：1+9。

7.6.2.3 硫酸溶液：1+8。

7.6.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液： $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ ，用移液管移取50 mL按HG/T 3696.1配制的硫代硫酸钠标准滴定溶液，置于100 mL容量瓶中用水稀释至刻度，摇匀。

7.6.2.5 淀粉指示液(10 g/L)。



### 7.6.3 仪器设备

微量滴定管:分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

### 7.6.4 试验步骤

称量约 25 g 试样,精确至 0.01 g,置于碘量瓶中,加 80 mL 水,混匀。用移液管加 5 mL 碘溶液,加 5 mL 冰乙酸溶液,盖上瓶塞,摇动至试样溶解,然后用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定过量的碘,直到溶液呈淡黄色,加入 2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失,并在 30 s 内不变色即为终点。

同时同样做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与试验溶液相同。

### 7.6.5 试验数据处理

硫化物含量以硫化物(以 S 计)的质量分数  $w_4$  计,按公式(5)计算:

$$w_4 = \frac{(V_2 - V_3)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$V_2$ ——滴定空白试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_3$ ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$ ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$M$ ——硫(1/2S)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ( $M=16.03$ );

$m$ ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

取两次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为: I 类不大于 0.000 2%, II 类不大于 0.000 4%。

## 7.7 铁含量的测定

### 7.7.1 分光光度法(仲裁法)

#### 7.7.1.1 原理

同 GB/T 3049—2006 中第 3 章。

#### 7.7.1.2 试剂或材料

7.7.1.2.1 盐酸溶液:1+1。

7.7.1.2.2 硝酸溶液:2+3。

7.7.1.2.3 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.01 mg,用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准储备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

7.7.1.2.4 其余同 GB/T 3049—2006 中第 4 章。

#### 7.7.1.3 仪器设备

分光光度计:带有 4 cm 的比色皿。

#### 7.7.1.4 试验步骤

##### 7.7.1.4.1 标准曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定,使用 4 cm 比色皿,以每 100 mL 含铁(Fe)量在 0.01 mg~

0.1 mg 区间的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

7.7.1.4.2 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中。分别加入 10 mL 盐酸溶液、1 mL 硝酸溶液和 10 mL 水,煮沸。溶解后加入适量的滤纸浆,搅拌,冷却至室温。将溶液和滤纸浆一同转移至 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤,弃去前 10 mL 滤液。

7.7.1.4.3 试验

用移液管移取 10 mL 试验溶液,置于 100 mL 烧杯中,加水至 60 mL,用氨水溶液(85 g/L)或盐酸溶液(180 g/L)调整 pH 为 2,用精密试纸检查 pH。将试液定量转移至 100 mL 的容量瓶内,加 1 mL 抗坏血酸溶液(100 g/L),然后加 20 mL 缓冲溶液(pH=4.5)和 10 mL 1,10-菲罗啉溶液(1 g/L),用水稀释至刻度,摇匀。放置不少于 15 min。

同时同样做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

根据测得的吸光度,从标准曲线上查出相应的铁的质量(mg)。

7.7.2 试验数据处理

铁含量以铁(Fe)的质量分数  $w_5$  计,按公式(6)计算:

$$w_5 = \frac{(m_7 - m_8) \times 10^{-3}}{m \times (10/50)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$m_7$ ——从标准曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m_8$ ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

$m$ ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

取两次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为: I 类和 II 类优等品不大于 0.000 1%, II 类一等品不大于 0.000 3%。

7.7.3 电感耦合等离子体发射光谱法

按 7.10 规定的方法进行测定。

7.8 水不溶物含量的测定

7.8.1 试剂或材料

硝酸银溶液:17 g/L。

7.8.2 仪器设备

7.8.2.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径 5  $\mu$ m~15  $\mu$ m。

7.8.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105  $\pm$  2  $^{\circ}$ C。

7.8.3 试验步骤

称取约 25 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 热水溶解试样,加热煮沸,在微沸状态下保持 10 min,用预先在 105  $\pm$  2  $^{\circ}$ C 下质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,用热水洗涤至滤液无氯离子(用硝酸银溶液检验)为止。将玻璃砂坩埇和水不溶物一起置于 105  $\pm$  2  $^{\circ}$ C 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

#### 7.8.4 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数  $w_6$  计,按公式(7)计算:

$$w_6 = \frac{m_9 - m_{10}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$m_9$ ——干燥后水不溶物及玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

$m_{10}$ ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

$m$ ——试样的质量的数值,单位为克(g)。

取两次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为:Ⅰ类和Ⅱ类优等品不大于 0.003%,Ⅱ类一等品不大于 0.01%。

#### 7.9 钠含量的测定

##### 7.9.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

###### 7.9.1.1 原理

在盐酸介质中,采用标准加入法,用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计 589.0 nm 波长处,测定钠含量。

###### 7.9.1.2 试剂或材料

7.9.1.2.1 盐酸溶液:1+11。

7.9.1.2.2 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)0.1 mg,用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准储备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

7.9.1.2.3 水:符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

###### 7.9.1.3 仪器设备

原子吸收分光光度计:配有钠空心阴极灯。

###### 7.9.1.4 试验步骤

###### 7.9.1.4.1 试验溶液的制备

称量约 10 g 试样,精确到 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加水溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,加入 5 mL 盐酸溶液,加水至刻度,摇匀。

###### 7.9.1.4.2 试验

用移液管分别移取 10 mL 试验溶液,置于 6 个 100 mL 容量瓶中,再分别加入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钠标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件,于波长 589.0 nm 处,用水调零,测量吸光度。以钠质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交处,即为试验溶液中钠的质量。

###### 7.9.1.5 试验数据处理

钠含量以钠(Na)质量分数  $w_7$  计,按公式(8)计算:

$$w_1 = \frac{m_{11} \times 10^{-3}}{m \times (10/100)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中：

$m_{11}$ ——试验溶液中钠的质量的数值，单位为毫克(mg)；

$m$ ——试样的质量的数值，单位为克(g)。

取两次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%。

## 7.9.2 电感耦合等离子体发射光谱法

按 7.10 规定的方法进行测定。

## 7.10 锶、钙、铁、钠含量的测定(电感耦合等离子体发射光谱法)

### 7.10.1 原理

试样经酸溶解后，由载气带入雾化系统进行雾化后，以气溶胶形式进入等离子体，在高温和惰性气体中被充分蒸发、原子化、电离和激发，发射出所含元素的特征谱线，根据元素浓度与元素特征谱线强度的关系，对相应元素进行定量分析。

### 7.10.2 试剂或材料

7.10.2.1 硝酸溶液：1+99，用优级纯试剂配制。

7.10.2.2 锶、钙、铁、钠标准贮备溶液：1 mL 溶液含锶(Sr)、钙(Ca)、铁(Fe)、钠(Na)分别为 1 mg，按 HG/T 3696.2 配制各元素标准贮备溶液，或者采用经国家认证并授予标准物质证书的单元素或多元素标准贮备溶液。

7.10.2.3 铁标准溶液：1 mL 溶液含铁(Fe)0.02 mg，用移液管移取 2 mL 铁标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.4 锶、钙、铁、钠混合标准溶液：1 mL 溶液含锶(Sr)0.1 mg，1 mL 溶液含钙(Ca)为 0.05 mg，1 mL 溶液含钠(Na)为 0.02 mg，1 mL 溶液含铁(Fe)为 0.002 mg，分别用移液管移取 10 mL 锶标准贮备溶液、5 mL 钙标准贮备溶液，2 mL 钠标准贮备溶液，10 mL 铁标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.10.2.5 水：符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

### 7.10.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

### 7.10.4 试验步骤

#### 7.10.4.1 试验溶液的制备

称取一定量的试样(I类约 8 g、II类约 0.8 g)，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硝酸溶液，搅拌至试样溶解后转移至 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。

#### 7.10.4.2 标准曲线的绘制

在 6 个 50 mL 容量瓶中分别移入 0 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL、10.00 mL、12.50 mL 的锶、钙、铁、钠标准混合溶液，用硝酸溶液稀释至刻度，摇匀。系列标准溶液中各元素质量浓度如表 2 所示。

表 2

| 杂质元素 | 系列标准溶液的质量浓度/(mg/L) |     |      |      |      |      |
|------|--------------------|-----|------|------|------|------|
|      | 1                  | 2   | 3    | 4    | 5    | 6    |
| 锶    | 0                  | 5.0 | 10.0 | 15.0 | 20.0 | 25.0 |
| 钙    | 0                  | 2.5 | 5.0  | 7.5  | 10.0 | 12.5 |
| 铁    | 0                  | 0.1 | 0.2  | 0.3  | 0.4  | 0.5  |
| 钠    | 0                  | 1.0 | 2.0  | 3.0  | 4.0  | 5.0  |

在仪器最佳的测定条件下,按表 3 的杂质元素测定波长,测定标准溶液中各待测杂质元素的发射强度,以杂质元素标准溶液的质量浓度(mg/L)为横坐标,对应的发射强度为纵坐标绘制标准曲线。

表 3

| 杂质元素                                       | 锶       | 钙       | 铁       | 钠       |
|--|---------|---------|---------|---------|
| 测定波长/nm                                    | 421.552 | 393.366 | 259.940 | 589.592 |
| 注:测定谱线选择的原则为避开谱线干扰,在保证足够灵敏度的前提下根据方法选择最佳谱线。 |         |         |         |         |

#### 7.10.4.3 试验

按照 7.10.4.2 相同条件测定试验溶液中各待测杂质元素的发射强度。由仪器软件自动计算出被测杂质元素的质量浓度(mg/L)。

同时同样做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

#### 7.10.5 试验数据处理

杂质元素含量以质量分数  $w_i$  计,按公式(9)计算:

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times 50 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

$\rho_i$  —— 试验溶液中待测元素质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

$\rho_0$  —— 空白试验溶液中待测元素质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

$m$  —— 试样的质量的数值,单位为克(g)。

取两次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相对偏差锶、钙、钠不大于 10%,铁不大于 20%。

## 8 检验规则

8.1 检验分为型式检验和出厂检验。型式检验和出厂检验应符合下列规定。

a) 第 6 章规定的所有指标项目为型式检验项目,在正常生产情况下,每 6 个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,应进行型式检验:

- 1) 更新关键设备和生产工艺;
- 2) 主要原料有变化;
- 3) 停产又恢复生产;

- 4) 与上次型式检验有较大的差异;
- 5) 合同规定。

b) 第6章中规定的Ⅰ类产品所有指标项目及Ⅱ类产品的氯化钡、钙、硫化物、铁含量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规格的工业氯化钡为一批。每批产品不超过120 t。

8.3 按GB/T 6678的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的3/4处采样。将采出的样品混匀,用四分法缩分至不少于500 g。将样品分装于两个清洁、干燥的容器中,密封。并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、类别、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用,另一份保存备查,保存时间由生产企业根据需要确定。

8.4 按照GB/T 8170规定的数值修约值比较法判定检验结果是否符合要求。

8.5 检验结果中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进行复验,复验结果有一项指标不符合本文件要求时,则整批产品为不合格。

## 9 标志、标签和随行文件

9.1 工业氯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、类别、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号及GB 190中规定的毒性物质标签和GB/T 191—2008中第2章规定的“怕雨”标志以及符合GB 15258的安全标签。

9.2 每批出厂的工业氯化钡都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、等级、净含量、批号或生产日期及本文件编号。

## 10 包装、运输、贮存

10.1 工业氯化钡可采用牛皮纸袋、塑料包装、覆膜袋包装。塑料包装分为吨袋包装或双层包装。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,包装内袋用维尼龙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;外袋采用缝包机缝合,缝合牢固,无漏缝或跳线现象。每袋净含量为25 kg、50 kg、1 000 kg。也可根据用户要求进行包装。

10.2 工业氯化钡在运输过程中应按照危险品运输要求运输,轻装、轻卸,防止包装损坏,防止雨淋、受潮,不应与氧化剂、酸碱等混装混运。

10.3 工业氯化钡产品应按照毒性物质相关贮存要求贮存,在贮存过程中应防止受潮和泄漏,不应与氧化剂、酸碱等混存。

参 考 文 献

- [1] GB 12268—2012 危险货物物品名表
-