

# 中华人民共和国国家标准

## 工业氯化钡

GB 1617—89

Barium chloride for industrial use

代替 GB 1617—79

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业氯化钡的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存以及安全要求。本标准适用于工业氯化钡。该产品主要用于化学工业、机械制造、金属加工等。

分子式:  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$

分子量: 244.26(按1985年国际原子量)

### 2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 191 包装储运图示标志

GB 601 化学试剂 标准溶液制备方法

GB 602 化学试剂 杂质标准溶液制备方法

GB 603 化学试剂 制剂及制品制备方法

GB 3049 无机化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲啰啉分光光度法

GB 6678 化工产品采样总则

GB 6679 固体化工产品采样通则

### 3 技术要求

3.1 外观:白色片状或粉状结晶。

3.2 工业氯化钡应符合表1要求。

表 1

%

指 标 项 目	指 标		
	优 等 品	一 等 品	合 格 品
氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )含量 $\geq$	99.0	98.0	97.0
钙(Ca)含量 $\leq$	0.036	0.090	—
钠(Na)含量 $\leq$	0.20	—	—
硫化物(以 S 计)含量 $\leq$	0.003	0.008	—
铁(Fe)含量 $\leq$	0.001	0.003	0.02
水不溶物含量 $\leq$	0.05	0.10	0.20

### 4 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水。

中华人民共和国化学工业部 1989-02-24 批准

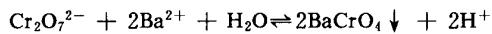
1989-12-01 实施

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他规定时，均按GB 601、GB 602、GB 603之规定制备。

#### 4.1 氯化钡含量的测定

##### 4.1.1 原理

重铬酸钾与氯化钡反应式如下：



用乙酸铵调节溶液的pH值，在乙酸-乙酸铵缓冲溶液中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。

##### 4.1.2 试剂和溶液

4.1.2.1 重铬酸钾(GB 642)：50 g/L 溶液；

4.1.2.2 盐酸(GB 622)：1+11溶液；

4.1.2.3 乙酸铵(GB 1292)：75 g/L 溶液；

4.1.2.4 氨水(GB 631)：1+27溶液；

4.1.2.5 硝酸银(GB 670)：10 g/L 溶液。

##### 4.1.3 仪器和设备

一般实验室用仪器和坩埚式过滤器、电热干燥箱：

4.1.3.1 坩埚式过滤器：滤板孔径5~15 μm；

4.1.3.2 电热干燥箱：能控制在130~135 ℃下工作。

##### 4.1.4 测定手续

称量约7 g试样，精确到0.000 2 g，置于烧杯中，加水溶解，转入500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，干过滤。用移液管移取50 mL滤液，置于400 mL烧杯中，加5 mL盐酸溶液(4.1.2.2)，加入100 mL水和15 mL重铬酸钾溶液(4.1.2.1)，加热煮沸试液，在微沸状态下，一边搅拌，一边缓慢滴加10 mL乙酸铵溶液(4.1.2.3)(3~4 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(4.1.2.4)(2~3 min内滴完)。在约80 ℃的水浴中静置30 min后，取出，迅速冷却至室温，用已于130~135 ℃下烘至恒重的坩埚式过滤器(4.1.3.1)抽滤，用含少量氨水的蒸馏水(pH7~8)洗涤沉淀至无氯离子反应[用硝酸银溶液(4.1.2.5)检查]，将坩埚式过滤器(4.1.3.1)和沉淀于130~135 ℃下烘至恒重。

##### 4.1.5 结果的表示和计算

以质量百分数表示的氯化钡( $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )含量( $X_1$ )按式(1)计算：

$$X_1 = \frac{0.9642 \frac{(m_2 - m_1)}{V}}{m \times \frac{500}{500}} \times 100 = \frac{4.821 \times 10^4 (m_2 - m_1)}{mV} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中： $m_1$ ——坩埚式过滤器(4.1.3.1)的质量，g；

$m_2$ ——铬酸钡沉淀与坩埚式过滤器(4.1.3.1)的质量，g；

$m$ ——试样的质量，g；

$V$ ——被测试液的体积，mL；

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。

两次平行测定结果之差不大于0.3%，取其算术平均值为测定结果。

#### 4.2 钙含量的测定

##### 4.2.1 方法一(仲裁法)

###### 4.2.1.1 原理



4.2.2.2.10 慢速定量滤纸:  $\phi 12.5\text{ cm}$ 。

#### 4.2.2.3 测定手续

称量约7.5 g试样,精确到0.01 g,置于300 mL烧杯中,加入170 mL不含二氧化碳的蒸馏水,溶解试样。加入1滴甲基红指示液(4.2.2.9),试液应呈纯黄色,[否则,用氢氧化钠溶液(4.2.2.2)调整试液到纯黄色],再加1滴氢氧化钠溶液(4.2.2.2),加入16 mL乙醇(4.2.2.2.7)(锶含量在0.33%以下的试样亦可不加乙醇)。用滴定管加入32~33 mL铬酸钾溶液(4.2.2.2.1),加入速度使溶液恰呈直线流出,同时缓慢搅拌试液,加完后,搅拌30 s,转入250 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,再转入干烧杯中,静置1 h,用慢速定量滤纸(4.2.2.2.10)干过滤。

用移液管移取100 mL滤液置于200 mL烧杯中,滴加5~8滴钙指示剂(4.2.2.2.4),加入4 mL氢氧化钠溶液(4.2.2.2.2),用乙二胺四乙酸二钠标准溶液(4.2.2.2.6)滴定至溶液呈亮绿色,并在30 s内不再发生变化为止。

若终点不突跃,绿色发暗,则为锶分离效果不好或锶含量超过0.83%,遇此情况可减少取样量,另补加优级纯氯化钡(4.2.2.2.8),使其总量仍为7.5 g,从而使锶含量在0.83%以下。

同时用优级纯氯化钡(4.2.2.2.8)做空白试验。

#### 4.2.2.4 结果的表示和计算

以质量百分数表示的钙(Ca)含量( $X_2$ )按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{0.04008c(V - V_0)}{m \times \frac{V_1}{250}} \times 100 = \frac{1.002 \times 10^3 c(V - V_0)}{m \cdot V_1} \quad \dots \dots \dots (3)$$

式中:  $V$ ——滴定被测试液所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准溶液(4.2.2.2.6)的体积, mL;

$V_0$ ——空白试验滴定所消耗的乙二胺四乙酸二钠标准溶液(4.2.2.2.6)的体积, mL;

$c$ ——乙二胺四乙酸二钠标准溶液(4.2.2.2.6)的浓度, mol/L;

$V_1$ ——被测试液的体积, mL;

$m$ ——试样的质量, g;

0.04008——1.00 mL乙二胺四乙酸二钠溶液  $c(\text{EDTA}) = 1.000 \text{ mol/L}$  相当于钙的质量, g。

两次平行测定结果之差不大于0.004%, 取其算术平均值为测定结果。

### 4.3 钠含量的测定

#### 4.3.1 原理

钠在高温火焰中发射具有确定波长的特征光,其光强度与试液中钠离子浓度成正比,通过测量发射光的强度测定试样中钠的含量。

#### 4.3.2 试剂和溶液

4.3.2.1 氯化钡(GB 652): 优级纯;

4.3.2.2 氯化钡(GB 652)(优级纯): 20 g/L溶液;

4.3.2.3 钠标准溶液: 0.100 mgNa/mL;

4.3.2.4 盐酸(GB 622): 1+11溶液。

#### 4.3.3 仪器(火焰分光光度计)

4.3.3.1 波长: 589 nm;

4.3.3.2 火焰: 空气-乙炔或其他火焰。

#### 4.3.4 标准曲线的绘制

在一系列100 mL容量瓶中,各加10 mL氯化钡溶液(4.3.2.2),移入0.00、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL钠标准溶液(4.3.2.3),加入1 mL盐酸溶液(4.3.2.4),用水稀释至刻度,摇匀。

将仪器调整至最佳工作状态,用空白溶液调零,测量发射强度,以钠离子浓度为横坐标,对应的发射强度为纵坐标绘制标准曲线。

#### 4.3.5 测定手续

称量约1 g 试样,精确到0.001 g,置于100 mL烧杯中,加水溶解,加入5 mL盐酸溶液(4.3.2.4),转入500 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

在4.3.4条相同的条件下,测量发射强度。

根据测得的发射强度，由标准曲线上查出钠离子的浓度。

#### 4.3.6 结果的表示和计算

以质量百分数表示的钠(Na)含量( $X_3$ )按式(4)计算:

式中:  $V$ —被测试液的体积, mL;

$c$ —由标准曲线上查得的钠离子浓度, mg/mL;

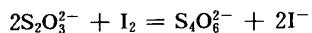
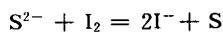
*m*—试样的质量, g。

两次平行测定结果之差不大于0.004%，取其算术平均值为测定结果。

#### 4.4 硫化物含量的测定

#### 4.4.1 原理

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



#### 4.4.2 试剂和溶液

#### 4.4.2.1 碘化钾(GB 1272);

4.4.2.2 碘(GB 675);6,5 g/L 溶液;

称量6.5 g 碘和17 g 碘化钾(4.4.2.1),溶于水中,用水稀释至1 000 mL,保存于棕色带塞的瓶中。

4.4.2.3 冰乙酸(GB 676):1+9溶液;

4.4.2.4 可溶性淀粉(HG B 3095);5 g/L 溶液;

#### 4.4.2.5 重铬酸钾(GB 1259);基准试剂;

4.4.2.6 硫酸(GB 625):1+8溶液;

4.4.2.7 硫代硫酸钠(GB 637); $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约为0.05 mol/L 标准溶液。

配制：称取13 g 硫代硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )或8 g 无水硫代硫酸钠( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ )，溶于1 000 mL 水中，缓缓煮沸10 min，冷却，放置15 d 备用。

标定：称量约0.75 g 重铬酸钾(4.4.2.5)，精确到0.0001 g，置于烧杯中，加水溶解，转入250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取25 mL溶液，置于碘量瓶中，加2 g 碘化钾(4.4.2.1)和20 mL硫酸溶液(4.4.2.6)，摇匀，于暗处放置10 min。加150 mL水，用硫代硫酸钠标准溶液(4.4.2.7)滴定，近终点时，加入3 mL淀粉溶液(4.4.2.4)，继续滴定至溶液由蓝色变为亮绿色为止。同时做空白试验。

计算：硫代硫酸钠标准溶液(4.4.2.7)的浓度(*c*)按式(5)计算：

式中： $c$  — 硫代硫酸钠标准溶液(4.4.2.7)的浓度，mol/L；



#### 4.5.3.1 分光光度计:带有厚度为3 cm 的吸收池。

#### 4.5.4 标准曲线的绘制

在一系列 100 mL 容量瓶中, 移入 0.00、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00、10.00 mL 铁标准溶液(4.5.2.10), 各加水至约 60 mL, 用盐酸溶液(4.5.2.3)调节溶液的 pH 值接近 2(用精密 pH 试纸检验), 各加 2.5 mL 抗坏血酸溶液(4.5.2.6)、10 mL 缓冲溶液(4.5.2.8)、5 mL 邻菲啰啉溶液(4.5.2.7), 用水稀释至刻度, 摆匀。

在510 nm 波长下,用3 cm 吸收池,以水为对照将分光光度计调整为零,测量吸光度。

以铁含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

#### 4.5.5 测定手续

#### 4.5.5.1 试液的制备

称量约5 g(优等品和一等品)或1.5 g(合格品)试样,精确到0.01 g,置于100 mL烧杯中,各加10 mL盐酸溶液(4.5.2.3),1 mL硝酸溶液(4.5.2.4)和10 mL水,煮沸,溶解后,加入适量滤纸浆,搅拌,冷却至室温,将溶液和滤纸浆一同转入50 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤。

#### 4.5.5.2 空白试液的制备

全部操作按4.5.5.1条之规定进行，只是不加试样。

#### 4.5.5.3 测定

用移液管移取试液(4.5.5.1)和空白试液(4.5.5.2)各10 mL, 分别置于100 mL容量瓶中, 各加水至约60 mL, 用氨水溶液(4.5.2.5)或盐酸溶液(4.5.2.3)调节溶液的pH接近2(用精密pH试纸检验)。以下操作按4.5.4条所述, 从“……各加2.5 mL抗坏血酸溶液……”开始进行操作。

根据测得的吸光度,由标准曲线上查出被测试液和被测空白试液中铁的含量。

#### 4.5.6 结果的表示和计算

以质量百分数表示的铁(Fe)含量( $X_5$ )按式(7)计算:

式中： $m_1$ ——由标准曲线上查出被测空白试液中铁的含量，mg；

$m_2$ —由标准曲线上查出被测试液中铁的含量,mg;

*m*—试样的质量, g。

两次平行测定结果之差不大于0.0003%（优等品和一等品）或0.003%（合格品），取其算术平均值为测定结果。

#### 4.6 水不溶物含量的测定

#### 4.6.1 原理

用热水溶解一定量的试样,用坩埚式过滤器过滤,再将不溶物烘干至恒重,从而测定水不溶物的含量。

#### 4.6.2 试剂和溶液

#### 4.6.2.1 硝酸银(GB 670):10 g/L 溶液

#### 4.6.3 仪器和设备

### 一般实验室用仪器和掛墊式過濾器。

4.6.3.1 抽揭式过滤器：滤板孔径为5~15 μm。

#### 4.6.4 测定手续

称量约25 g 试样,精确到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,用已于105~110 ℃下烘至恒重的坩埚式过滤器(4.6.3.1)抽滤,用热水洗涤水不溶物

至无氯离子反应〔用硝酸银溶液(4.6.2.1)检查〕。将坩埚式过滤器(4.6.3.1)和水不溶物置于105~110℃下烘至恒重。

#### 4.6.5 结果的表示和计算

以质量百分数表示的水不溶物含量( $X_6$ )按式(8)计算:

式中： $m_1$ ——坩埚式过滤器(4.6.3.1)的质量，g；

$m_2$ ——水不溶物与坩埚式过滤器(4.6.3.1)的质量,g;

$m$ ——试样的质量, g。

两次平行测定结果之差不大于0.007%（优等品）或0.01%（一等品和合格品），取其算术平均值为测定结果。

## 5 检验规则

5.1 工业氯化钡应由生产厂的质量检验部门进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定,核验所收到的工业氯化钡是否符合本标准的要求。

### 5.3 每批产品不超过50 t。

5.4 取样时按表2规定确定取样袋数。

表 2 选取取样袋数的规定

每 批 总 袋 数	选 取 的 最 少 取 样 袋 数
1~10	全部袋数
11~49	11
50~64	12
65~81	13
82~101	14
102~125	15
126~151	16
152~181	17
182~216	18
217~254	19
255~296	20
297~343	21
344~394	22
395~450	23
451~512	24
>500	$3\sqrt[3]{N}$ ( $N$ 为总的包装袋数)

用取样器插入包装袋的3/4处取样。

取样总量不超过1 500 g,混匀后,分别装入两个清洁、干燥的瓶中,塞严瓶盖,粘贴标签,注明:生产厂名称、产品名称、等级、批号和取样日期。一瓶由质量检验部门检验,另一瓶保存三个月备用。

5.5 检验结果如果有一项指标不符合本标准要求，则应重新自两倍量的取样袋数的包装袋中取样核验。核验结果即使有一项指标不符合本标准要求，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《全国产品质量仲裁检验暂行办法》之规定办理。

## 6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业氯化钡用塑料编织袋内衬塑料薄膜袋包装。每袋净重25、50 kg。

6.2 每批包装好的成品都应附有一定格式的质量证明书，内容包括：生产厂名称、产品名称、等级、批号、生产日期、净重和本标准编号。

6.3 包装袋上应有牢固的标志，内容包括：生产厂名称、产品名称、批号、净重、本标准编号和商标。

工业氯化钡为毒品，包装袋上应有GB 190中规定的“图9有毒品标志”和GB 191中规定的“图2防湿标志”。

6.4 工业氯化钡应贮存在清洁、阴凉通风处。在贮存和运输过程中应防止受潮和散失，不得与其他物品混存。

## 7 安全要求

7.1 工业氯化钡有毒、不易燃、不易爆。

7.2 吸入氯化钡粉尘会发生肺沉埃沉积病，急性肺炎和支气管炎。

当氯化钡经消化系统进入机体时将引起急性、慢性中毒。氯化钡能引起脑炎及脑膜炎，以及平滑肌和心肌病变。

7.3 从事氯化钡工作的人员工作时应穿着工作服、工作鞋及其他防护用具。工作人员不要直接接触氯化钡。

7.4 氯化钡的生产厂和实验室必须安装有效的送排风设备，有粉尘的地方必须安装带有排风装置的罩。

必须用湿法打扫房间。

7.5 不许在工作场所进食和吸烟。进食和吸烟前必须洗手。

## 附加说明：

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和四川省五通桥盐厂负责起草。

本标准主要起草人刘宏霞、曾纯希、时洁。

本标准参照采用苏联国家标准 ГОСТ 742—78《工业氯化钡》(有效期至1990年1月1日)。