



中华人民共和国国家标准

GB/T 1613—2008
代替 GB/T 1613—1993

工业硝酸钡

Barium nitrate for industrial use

2008-04-01 发布

2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准与俄罗斯国家标准 ГOCT 1713:1979(1989 年修改单)《工业硝酸钡技术条件》一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 1613—1993《工业硝酸钡》。

本标准与 GB/T 1613—1993《工业硝酸钡》的主要技术变化如下：

- 本标准增加了产品分类(本版第 4 章)；
- 取消原标准的分等、分级(1993 版 3.2, 本版 5.2)；
- 指标参数相应调整(1993 版 3.2, 本版 5.2)。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位：天津化工研究设计院、河北辛集化工集团有限责任公司。

本标准主要起草人：赵美敬、郭兰瞳、王凡凡。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- GB 1613—1979, GB/T 1613—1993。

工业硝酸钡

1 范围

本标准规定了工业硝酸钡的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全。
本标准适用于工业硝酸钡。该产品主要用于光学玻璃制造、焰火、军工弹药及生产其他钡盐等。

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)或修订版本均不适用于本标准,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 190—1990 危险货物包装标志

GB/T 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780:1997)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

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(ISO 6685:1982,IDT)

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 9724—2007 化学试剂 pH 值测定通则

GB 12463—1990 危险货物运输包装通用技术条件

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 分子式、分子量

分子式: $Ba(NO_3)_2$

相对分子质量:261.34(按 2005 年国际相对原子质量)

4 分类

工业硝酸钡分为两类:Ⅰ类为光学玻璃制造用;Ⅱ类为焰火、军工弹药及生产其他钡盐用。

5 要求

5.1 外观:白色结晶或粉末。

5.2 工业硝酸钡应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标	
	Ⅰ类	Ⅱ类
硝酸钡 $[Ba(NO_3)_2]$ (以干基计), $w/\%$	\geq 99.3	99.0
水分, $w/\%$	\leq 0.03	0.05
水不溶物, $w/\%$	\leq 0.05	0.10

表 1(续)

项 目	指 标	
	I类	II类
铁(Fe), $w/\%$	≤ 0.001	0.003
氯化物(以 BaCl_2 计), $w/\%$	≤ 0.05	—
pH 值(10 g/L 水溶液)	5.5~8.0	—

6 试验方法

6.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

6.2 一般规定

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—1992 中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、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、HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 外观判别

在自然光下,用目视法判定外观。

6.4 硝酸钡含量的测定

6.4.1 方法提要

在试验溶液中,加入一定量的重铬酸钾溶液,调整 pH 至约 5.4,使 Ba^{2+} 离子完全生成铬酸钡沉淀。用碘量法滴定过量的六价铬,同时做空白试验,由二者之差即可算得硝酸钡含量。

6.4.2 试剂

6.4.2.1 碘化钾;

6.4.2.2 盐酸溶液:1+5;

6.4.2.3 氨水溶液:1+9;

6.4.2.4 乙酸铵溶液:150 g/L;

6.4.2.5 重铬酸钾溶液:10 g/L;

6.4.2.6 硫酸溶液:1+11;

6.4.2.7 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$;

6.4.2.8 可溶性淀粉溶液:10 g/L。

6.4.3 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 500 mL 烧杯中,加 280 mL 水使其溶解。加入 15 mL 盐酸溶液,用移液管加入 100 mL 重铬酸钾溶液,加热煮沸。在不断搅拌下缓慢滴加 30 mL 乙酸铵溶液、20 mL 氨水溶液,冷却至室温。全部转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤,弃去初始滤液。用移液管移取 100 mL 滤液置于 500 mL 碘量瓶中,加入 5 g 碘化钾、15 mL 硫酸溶液,于暗处放置 10 min。取出以水冲洗瓶塞及瓶壁,加水使体积达 200 mL,以硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,近终点时,加入 1 mL 淀粉指示液,继续滴定至亮绿色为终点。

同时进行空白试验。空白试验应与测定平行进行,并采用相同的分析步骤,取相同量的所有试剂(标准滴定溶液除外),但空白试验不加试样。

6.4.4 结果计算

硝酸钡含量以硝酸钡 $[\text{Ba}(\text{NO}_3)_2]$ 的质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V_0 - V)/1\,000]cM}{m \times 100/500 \times (100 - w_2)/100} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_0 ——空白试验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 ——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 ——试料质量的数值,单位为克(g);

w_2 ——按 6.5 测定的水分的数值, %;

M ——硝酸钡 [$\frac{1}{3}\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$] 的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M=87.12$)。

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%。

6.5 水分的测定

6.5.1 方法提要

试料在 105℃~110℃ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.5.2 仪器、设备

6.5.2.1 称量瓶: $\phi 50\text{ mm} \times 30\text{ mm}$;

6.5.2.2 电热恒温干燥箱: 温度能控制在 105℃~110℃。

6.5.3 分析步骤

用已于 105℃~110℃ 条件下干燥至质量恒定的称量瓶,称取约 10 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于电热恒温干燥箱中,在 105℃~110℃ 条件下干燥至质量恒定。

6.5.4 结果计算

水分以质量分数 w_2 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——干燥前试料和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试料和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,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 0.01%。

6.6 水不溶物含量的测定

6.6.1 方法提要

将试样溶解于水中,将不溶物过滤,置于电热恒温干燥箱中烘至质量恒定,计算其水不溶物含量。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 无水硫酸钠溶液: 20 g/L。

6.6.3 仪器、设备

6.6.3.1 电热恒温干燥箱: 温度能控制在 105℃~110℃;

6.6.3.2 玻璃砂坩埚: 孔径 5 μm ~15 μm 。

6.6.4 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加入 300 mL 水,加热至沸,盖上表面皿,移至沸水浴上保温 1 h。用已于 105℃~110℃ 条件下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用热水洗涤滤渣至无钡离子(用硫酸钠溶液检验),将玻璃砂坩埚和水不溶物置于 105℃~110℃ 电热恒温干燥箱中烘至质量恒定。

6.6.5 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以 % 表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- m_1 ——玻璃砂坩埚和水不溶物的质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料质量的数值,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0.01%。

6.7 铁含量的测定

6.7.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.7.2 试剂

- 6.7.2.1 盐酸溶液:1+3;
- 6.7.2.2 其他试剂同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.7.3 仪器、设备

- 6.7.3.1 分光光度计:配有 4 cm 的比色皿。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定,使用 4 cm 比色皿,绘制铁含量为 10 μg~100 μg 工作曲线。

6.7.4.2 测定

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 150 mL 烧杯中,加 50 mL 水、5 mL 盐酸溶液,加热煮沸 4 min,取下冷却至室温。全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤,弃去初始滤液,保留滤液。

用移液管移取 20 mL 滤液(I类产品移取 50 mL 滤液),置于 100 mL 容量瓶中,以下按 GB/T 3049—2006 中 6.4 从“必要时,加水至 60 mL……”开始进行操作。同时同样处理空白试验溶液。从工作曲线上查出相应的铁的质量。

6.7.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_2)/1\ 000}{m \times V/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- m_1 ——从工作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_2 ——从工作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 ——试料质量的数值,单位为克(g);
- V ——按 6.7.4.2 条移取滤液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

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0.0002%。

6.8 氯化物含量的测定

6.8.1 方法提要

在酸性介质中加入硝酸银溶液,银离子与氯离子生成白色的氯化银悬浊液,与同时同样处理的标准比浊溶液进行对比。

6.8.2 试剂

- 6.8.2.1 95%乙醇;
- 6.8.2.2 硝酸溶液:1+2;
- 6.8.2.3 硝酸银溶液:17 g/L;

6.8.2.4 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.10 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.8.3 分析步骤

称取 $3.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 150 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,加热使之溶解。冷却后,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤,用移液管移取 20 mL 滤液,置于 50 mL 比色管中,加入 1 mL“95%乙醇”(体积分数),5 mL 硝酸溶液和 2 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,轻轻摇匀。静置 10 min 后,于黑背景下与标准比浊溶液比对,所产生的浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是移取 1.00 mL 氯化物标准溶液,与试料同时同样处理。

6.9 pH 值的测定

6.9.1 仪器

酸度计:精度为 0.02pH 单位。

6.9.2 分析步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 250 mL 烧杯中。加入约 100 mL 无二氧化碳的水,使试样溶解,以下按 GB/T 9724—2007 的规定进行测定。

7 检验规则

7.1 本标准所有指标均为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 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级别的工业硝酸钡为一批。每批产品不超过 60 t。

7.3 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上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 500 g,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶或塑料袋中,密封。瓶或塑料袋上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品,另一份保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

7.4 工业硝酸钡应由生产厂的质量监督检验部门按照本标准的规定进行检验。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

7.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业硝酸钡进行验收。验收应在货到之日起一个月内进行。

7.6 检验结果如有一项指标不符合标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

7.7 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

8.1 工业硝酸钡包装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、净含量、批号(或生产日期)、本标准编号及 GB 190—1990 规定的“氧化剂”、“有毒品”标志和 GB/T 191—2000 中规定的“怕热”、“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的工业硝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、类别、净含量、批号(或生产日期)、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业硝酸钡采用铁桶包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外包装采用封口严密的铁桶包装,铁桶外观洁净、无明显凹瘪、腐蚀现象,漆膜光滑均匀,不起皱、脱落。其性能和检验方法应符合 GB 12463—1990 的规定。每桶

净含量为 25 kg 或 50 kg。

9.2 工业硝酸钡运输过程中应有遮盖物,包装桶不得倒置、碰撞、保持包装的密封性、防止受潮、雨淋、避免阳光直接照射。禁止与酸类、易燃物、有机物、还原剂、自燃物品、遇湿易燃物品等混运。

9.3 工业硝酸钡应贮存于通风、干燥、有屋顶的仓库内,避免阳光直接照射,远离火种、热源。禁止与还原剂、酸类、碱类、食用化学品、有机化学品混贮。储区应备有合适的材料收容泄漏物。

10 安全

10.1 工业硝酸钡属于强氧化剂,遇可燃物着火时能助长火势。与还原剂、有机物、易燃物如硫、磷或金属粉末等混合可形成爆炸性混合物。燃烧分解时,放出有毒的氮氧化物气体。经常在被硝酸钡粉尘污染的空气中工作,能引起肺部和支气管的慢性炎症。

10.2 工业硝酸钡的灭火方法:火灾早期阶段,可用大量水施救。如大量的硝酸盐溶化或熔融时,用水扑救可引起熔融物的大面积喷溅。消防人员应佩戴防毒面具、穿全身消防服。

10.3 从事硝酸钡作业的生产车间和实验室应装备送排风设备。为防止硝酸钡对作业人员身体的毒害,所有设备都应密闭,生产过程应机械化和自动化。

10.4 钡离子具有一定的毒性,工作场所与休息场所应严格分开;操作工人和分析人员取样时应穿戴工作服、工作鞋和其他劳动保护用品;如工业硝酸钡与眼睛和皮肤接触后,立即用大量水冲洗。

10.5 工业硝酸钡泄漏应急处理:隔离泄漏污染区,限制进入。泄漏物须立即收集,按环保要求集中处理。被污染地面如用水冲洗后的污水应进入污水处理系统。
