



中华人民共和国国家标准

GB/T 1614—2021

代替 GB/T 1614—2011

工业碳酸钡

Barium carbonate for industrial use

2021-08-20 发布

2022-03-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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。

本文件代替 GB/T 1614—2011《工业碳酸钡》，与 GB/T 1614—2011 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了碳酸锶、铁以及盐酸不溶物灼烧残渣指标（见 5.2，2011 年版的 4.2）；
- 更改了细度中粒状筛余物指标为与用户协商（见 5.2，2011 年版的 4.2）；
- 增加了钠指标（见 5.2）；
- 增加了碳酸锶含量测定的电感耦合等离子体发射光谱法（见 6.4.2）；
- 删除了总硫含量测定的燃烧容量法（见 2011 年版的 5.7.2）；
- 增加了总硫含量测定的红外线吸收法（见 6.8.2）；
- 增加了钠含量的测定方法（见 6.10）。

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无机化工分技术委员会（SAC/TC 63/SC 1）归口。

本文件起草单位：青岛红星化工集团有限责任公司、贵州宏泰钡业有限责任公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、湖北京山楚天钡盐有限责任公司、深州嘉信化工有限责任公司、河北辛集化工集团有限责任公司。

本文件主要起草人：郭汉光、朱子阳、李霞、张启、孙跃宗、李兰英、梁启波、南煜根、郑信刚、孙跃荣、孙士坤、曾开文、赵美敬。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1979 年首次发布为 GB 1614—1979，1989 年第一次修订，1999 第二次修订，2011 第三次修订；
- 本次为第四次修订。

工业碳酸钡

警告:依据 GB 12268—2012 第 6 章的规定,本产品属第 6 类第 6.1 项毒性物质,操作时应小心谨慎。本文件中所使用的部分试剂具有腐蚀性,如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。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

本文件规定了工业碳酸钡的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本文件适用于工业碳酸钡。

注:该产品主要用作生产电子玻璃、光学玻璃、电子及工业陶瓷、水处理剂、磁性材料、玻壳、电子元器件及其他钡盐的原料。

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 包装储运图式标志

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 6003.1—2012 试验筛 技术要求和检验 第 1 部分:金属丝编织网试验筛

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

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:BaCO₃

相对分子质量:197.34(按 2018 年国际相对原子质量)

5 要求

5.1 外观:白色粉末或颗粒。

5.2 工业碳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			
		优等品	一等品	合格品	
主含量(以 BaCO ₃ 计) <i>w</i> /%		≥	99.2	99.0	98.5
碳酸锶(SrCO ₃) <i>w</i> /%		≤	0.4	1.0	2.0
水分 <i>w</i> /%		≤	0.3	0.3	0.3
盐酸不溶物灼烧残渣 <i>w</i> /%		≤	0.1	0.2	0.4
氯化物(以 Cl 计) <i>w</i> /%		≤	0.01	—	—
总硫(以 SO ₄ 计) <i>w</i> /%		≤	0.25	0.35	0.45
铁(Fe) <i>w</i> /%		≤	0.001	0.003	0.005
钠(Na) <i>w</i> /%		≤	0.1	0.15	0.3
细度 ^a <i>w</i> /%	粉状 125μm 试验筛筛余物	≤	0.2	0.3	0.5
	粒状筛余物	与用户协商			
^a 对陶瓷电容器用的粉状产品其细度(45 μm 筛余物)≤1%。					

6 试验方法

6.1 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之规定制备。

6.2 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。

6.3 主含量的测定

6.3.1 原理

试样与盐酸反应生成氯化钡,加入硫酸溶液生成硫酸钡沉淀,根据硫酸钡沉淀的质量计算出碳酸钡含量。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 盐酸溶液:1+3。

6.3.2.2 硫酸溶液:1+15。

6.3.2.3 氨水溶液:1+1。

6.3.2.4 硝酸银溶液:17 g/L。

6.3.2.5 甲基橙指示液:1 g/L。

6.3.3 仪器设备

6.3.3.1 恒温水浴。

6.3.3.2 高温炉：温度能控制在 $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.3.4 试验步骤

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于 250 mL 烧杯中，加 25 mL 水，盖上表面皿，再加 2.5 mL 盐酸溶液，待试样溶解后，加热至沸。置于约 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴中，待溶液澄清后，用慢速定性滤纸过滤，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 mL 烧杯中。加 2 滴～3 滴甲基橙指示液，用氨水溶液中和至恰呈淡黄色，加 2 mL 盐酸溶液，加水至溶液体积约为 300 mL。将溶液加热至沸，取下，立即在不断搅拌下以均匀速度加入 5 mL 热的硫酸溶液，盖上表面皿。移至约 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴中保温 1 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 $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧至质量恒定。

6.3.5 试验数据处理

主含量以碳酸钡(BaCO_3)的质量分数 w_1 计，按公式(1)计算：

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.845\ 5}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——沉淀和瓷坩埚的质量的数值，单位为克(g)；

m_0 ——瓷坩埚的质量的数值，单位为克(g)；

0.845 5——将硫酸钡换算成碳酸钡的系数；

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%。

6.4 碳酸锶含量的测定

6.4.1 火焰原子吸收分光光度法(仲裁法)

6.4.1.1 原理

试样用盐酸溶液溶解，在火焰原子吸收分光光度计上，于 460.7 nm 处，使用空气-乙炔火焰，采用标准加入法测定试样中的锶含量，根据锶含量计算出碳酸锶的含量。

6.4.1.2 试剂和材料

6.4.1.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.4.1.2.2 锶标准溶液：1 mL 溶液含锶(Sr)0.050 mg，用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的锶标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用二级水稀释至刻度，摇匀。该溶液临用前配制。

6.4.1.2.3 水，GB/T 6682—2008，二级水。

6.4.1.3 仪器设备

火焰原子吸收分光光度计：配有锶空心阴极灯。

6.4.1.4 试验步骤

6.4.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中。加入 30 mL 水,3 mL 盐酸溶液,加热煮沸至试样全部溶解,冷却后移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,必要时干过滤。

6.4.1.4.2 试验

在 6 支 50 mL 的容量瓶中各移入一定量试验溶液(优等品 2.00 mL,一等品、合格品 1.00 mL),加入 1 mL 盐酸溶液,再分别加入 0 mL、0.5 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 的锶标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

在火焰原子吸收分光光度计上,于波长 460.7 nm 处,用空气-乙炔火焰,选择最佳仪器工作条件,以水调零,测定其吸光度。以加入锶标准系列溶液的质量浓度为横坐标,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浓度。

6.4.1.5 试验数据处理

碳酸锶含量以碳酸锶(SrCO_3)的质量分数 w_2 计,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{\rho \times 50 \times 1.685 \times 10^{-6}}{m \times (V/50)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查出的试验溶液中锶的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

1.685 ——将锶换算成碳酸锶的系数;

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V ——移取试验溶液体积的数值,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 0.02%。

6.4.2 电感耦合等离子体发射光谱法

按照 6.10 的规定进行测定。

6.5 水分的测定

6.5.1 仪器设备

6.5.1.1 称量瓶: $\Phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

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

6.5.2 试验步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于预先于 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的称量瓶中,置于 $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.5.3 试验数据处理

水分以质量分数 w_3 计,按公式(3)计算:

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

式中:

m_1 ——干燥前试料和称量瓶的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后试料和称量瓶的质量的数值,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 0.01%。

6.6 盐酸不溶物灼烧残渣含量的测定

6.6.1 原理

试样用盐酸溶液溶解,经过滤、洗涤,将不溶物置于高温炉中灼烧至质量恒定。

6.6.2 试剂或材料

6.6.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.6.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

6.6.3 仪器设备

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

6.6.3.2 恒温水浴。

6.6.4 试验步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.001 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,盖上表面皿,再加入 50 mL 盐酸溶液,待试样溶解后,加热至沸。置于沸水浴中,保温至溶液澄清。用慢速定量滤纸过滤,用热水洗涤滤渣至无氯离子(用硝酸银溶液检验),将盐酸不溶物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 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧至质量恒定。

6.6.5 试验数据处理

盐酸不溶物灼烧残渣含量以质量分数 w_4 计,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \text{.....(4)}$$

式中:

m_1 ——瓷坩埚和盐酸不溶物灼烧残渣的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——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)。

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 氯化物含量的测定

6.7.1 原理

在酸性介质中,试样中的氯化物与加入的硝酸银形成白色的氯化银悬浊液,与标准比浊溶液进行对比。

6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 95%乙醇。

6.7.2.2 硝酸溶液:1+3。

6.7.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。

6.7.2.4 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.010 mg,移取 1.00 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。该溶液临用前配制。

6.7.3 试验步骤

6.7.3.1 标准比浊溶液的制备

移取 2.00 mL 氯化物标准溶液,置于 50 mL 比色管中,加水至约 15 mL,加入 1 mL 95%乙醇,5 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀。于暗处静置 10 min。

6.7.3.2 试验

称取 2.00 ± 0.01 g 试样,置于 100 mL 烧杯中,加入 50 mL 水,10 mL 硝酸溶液,加热煮沸至试样全部溶解。取下,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 10 mL 滤液,置于 50 mL 比色管中,加水至约 15 mL,加入 1 mL 95%乙醇、5 mL 硝酸溶液和 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀。于暗处静置 10 min。与标准比浊溶液同时处理。

将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管同时置于黑色背景上,在自然光下,自上向下观察,如果所产生的白色混浊深于标准比浊溶液,则不符合本文件规定的指标要求,否则符合本文件规定的指标要求。

6.8 总硫含量测定

6.8.1 硫酸钡重量法(仲裁法)

6.8.1.1 原理

试样中的各价态的硫被王水氧化成硫酸盐,与加入的氯化钡生成硫酸钡沉淀,根据硫酸钡的质量计算出总硫含量。

6.8.1.2 试剂或材料

6.8.1.2.1 熔融混合物:将无水碳酸钠和碳酸钾 1+1 混合。

6.8.1.2.2 盐酸。

6.8.1.2.3 硫酸。

6.8.1.2.4 王水。

6.8.1.2.5 盐酸溶液:1+1。

6.8.1.2.6 氨水溶液:1+1。

6.8.1.2.7 碳酸钠溶液:20 g/L,用无水碳酸钠配制。

6.8.1.2.8 氯化钡溶液:100 g/L,用氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)配制。

6.8.1.2.9 硝酸银溶液:17 g/L。

6.8.1.3 仪器设备

6.8.1.3.1 铂坩埚。

6.8.1.3.2 高温炉:温度能控制在 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $700\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 。

6.8.1.4 试验步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 200 mL 烧杯中,用水润湿,加入 20 mL 王水溶解试样。

在沸水浴上蒸发至干,加 5 mL 盐酸再蒸干。再加 1 mL 盐酸和 100 mL 水,加热使可溶性盐溶解,放置 24 h。用慢速定量滤纸过滤,用水洗涤沉淀。将沉淀和滤纸置于铂坩埚中,在电炉上低温干燥、灰化后,加 2 g 熔融混合物,混匀,然后在上面再盖 2 g 熔融混合物,盖上盖子,置于 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中熔融 40 min。取出冷却后,在 250 mL 烧杯中用约 50 mL 热水浸取熔融物,将白色熔融物全部转移至烧杯中,加热煮沸至熔融物松散,静置片刻。用慢速定性滤纸过滤,用热的碳酸钠溶液洗涤不溶物,将滤液与洗液合并。加 2 滴~3 滴甲基橙指示液,用盐酸溶液中和至呈红色,再用氨水溶液调整至恰成淡黄色,并过量 2 mL 盐酸溶液,加水至约 100 mL。将溶液煮沸,取下,加入 10 mL 氯化钡溶液,盖上表面皿,在沸水浴上加热约 30 min 后,放置 4 h。用慢速定量滤纸过滤,用水洗涤至滤液中不含氯离子为止(用硝酸银溶液检验)。将沉淀和滤纸一并转入预先于 $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉内灼烧 30 min。取出,冷却后,加 1 滴硫酸,在电炉上加热至白烟冒尽,再置于 $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧 30 min。取出,稍冷后置于干燥器中冷却至室温,称量。

6.8.1.5 试验数据处理

总硫含量以硫酸根(SO_4)质量分数 w_5 计,按公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 \times 0.4116}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——沉淀硫酸钡的质量的数值,单位为克(g);

0.4116 ——将硫酸钡换算成硫酸根(SO_4)的系数;

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 0.02%。

6.8.2 红外线吸收法

6.8.2.1 原理

试样在高频感应炉的氧气流中加热燃烧,生成的二氧化硫由氧气载至红外线分析器的测量室,二氧化硫吸收特定波长的红外能,其吸收能与其浓度成正比,根据检测器接收能量的变化测得总硫含量。

6.8.2.2 试剂或材料

6.8.2.2.1 助熔剂钨粒:硫量 $\leq 0.0005\%$ 。

6.8.2.2.2 助熔剂纯铁:纯度 $\geq 99.8\%$,硫量 $\leq 0.001\%$,粒度 $\leq 1.25\text{ mm}$ 。

6.8.2.2.3 氧气:纯度 $\geq 99.5\%$ 。

6.8.2.3 仪器设备

6.8.2.3.1 高频红外碳硫分析仪:灵敏度为 0.01×10^{-6} 。

6.8.2.3.2 瓷坩埚:23 mm $\times$ 23 mm 或 25 mm $\times$ 25 mm,并在高于 1 000 $^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧 4 h。

6.8.2.3.3 坩埚钳。



6.8.2.4 试验步骤

6.8.2.4.1 参比样品

使用按照 6.8.1 的规定测定总硫含量的碳酸钡样品为参比样品。同一样品平行测定十次,取平行测定结果的算术平均值为测定结果,十次平行测定结果的极差不大于 0.03%。

6.8.2.4.2 空白试验

称取 0.6 g 助熔剂纯铁和 1.5 g 助熔剂钨粒,置于瓷坩埚内,用坩埚钳将坩埚置于炉台坩埚座上,进行测定,重复足够次数,记录比较稳定一致的三次读数,计算平均值并输入仪器中,仪器在测量试料时会进行空白值的电子补偿。

6.8.2.4.3 校正试验

根据待测试料的含硫量,用参比样品进行校正。校正后测定参比样品,测定结果与参比样品硫含量的绝对差值应不大于 0.02%,否则再次进行校正。

当分析条件变化时,如仪器尚未预热到 1 h,氧气源、坩埚或助熔剂的空白值已发生改变时,重新测定空白值并校正。

6.8.2.4.4 试验

称取约 0.2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于瓷坩埚内,选择仪器的最佳测定条件,在仪器上输入试样质量,一次均匀覆盖 0.6 g 助熔剂纯铁和 1.5 g 助熔剂钨粒。用坩埚钳将坩埚置于炉台坩埚座上,进行测定,在仪器上读取硫含量 w_5' 。

6.8.2.4.5 试验数据处理



总硫含量以硫酸根(SO_4)质量分数 w_5 计,按公式(6)计算:

$$w_5 = w_5' \times 2.996 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

w_5' ——从仪器上读取的硫含量;

2.996 ——将硫换算成硫酸根(SO_4)的系数。

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 0.02%。

6.9 铁含量的测定

6.9.1 原理

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.9.2 试剂或材料

6.9.2.1 盐酸溶液:1+3。

6.9.2.2 硝酸溶液:1+3。

6.9.2.3 其他试剂同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.9.3 仪器设备

分光光度计:带有光程为 4 cm 的比色皿。

6.9.4 试验步骤

6.9.4.1 工作曲线的绘制

按照 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定,使用光程为 4 cm 的比色皿、铁含量为 10 μg ~100 μg 的标准系列溶液,绘制工作曲线。

6.9.4.2 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 150mL 烧杯中,加 50 mL 水、25 mL 盐酸溶液、0.5 mL 硝酸溶液,加热煮沸 4 min,取下冷却至室温。全部转移至 100mL 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。

6.9.4.3 试验

用移液管移取一定体积试验溶液(优等品 50 mL,一等品 25 mL,合格品 10 mL),置于 100mL 容量瓶中,以下按照 GB/T 3049—2006 中 6.4 所述“加水至约 60 mL,用氨水溶液调整 pH 值为 2,用精密试纸检查 pH……”进行操作。由测得的吸光度从工作曲线上查得试验溶液中铁的质量。

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

6.9.5 试验数据处理

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_6 计,按公式(7)计算:

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-3}}{m \times (V/100)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);
- V ——移取试验溶液体积的数值,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 0.000 2%。

6.10 钠、碳酸锶含量的测定

6.10.1 原理

试样溶解后,注入电感耦合等离子体发射光谱仪,根据钠、锶的质量浓度分别与钠、锶特征谱线强度的正比关系,采用工作曲线法测定试样中的钠、锶含量。

6.10.2 试剂或材料

6.10.2.1 硝酸溶液:1+3。

6.10.2.2 钠标准贮备溶液:1 mL 溶液含钠(Na)1 mg,按 HG/T 3696.2 配制钠标准贮备溶液,或者采用经国家认证并授予标准物质证书的钠标准贮备溶液。

6.10.2.3 锶标准贮备溶液:1 mL 溶液含锶(Sr)1 mg,按 HG/T 3696.2 配制锶标准贮备溶液,或者采用经国家认证并授予标准物质证书的锶标准贮备溶液。

6.10.2.4 钠、锶混合标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)0.10 mg、1 mL 溶液含锶(Sr)0.25 mg,用移液管分别移取 10 mL 钠标准贮备液、25 mL 锶标准贮备液,置于 100 mL 容量瓶中,加 2 mL 硝酸溶液(1+1),用水稀释至刻度,摇匀。

6.10.2.5 水,GB/T 6682—2008,二级水。

6.10.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES)。

6.10.4 试验步骤

6.10.4.1 工作曲线的绘制

在 6 支 50 mL 容量瓶中分别移入 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 的钠、锶混合标准溶液,加 2 mL 硝酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。钠标准系列溶液质量浓度为 0 mg/L、2 mg/L、4 mg/L、6 mg/L、8 mg/L、10 mg/L,锶标准系列溶液质量浓度为 0 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、15 mg/L、20 mg/L、25 mg/L。在仪器最佳的测定条件下,推荐的钠分析谱线为 589.592 nm,锶分析谱线为 421.552 nm,按浓度由低至高的顺序对标准系列溶液进行测定,仪器根据钠、锶的质量浓度和谱线强度绘制工作曲线。

6.10.4.2 试验

称取一定量试样(优等品、一等品约 0.5 g,合格品约 0.2 g),精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 的烧杯中,加入 30 mL 水,加 5 mL 硝酸溶液,加热煮沸至试样全部溶解,冷却,转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,必要时过滤。在仪器最佳的测定条件下,推荐的钠分析谱线为 589.592 nm,锶分析谱线为 421.552 nm,对试验溶液进行测定。仪器自动计算出试验溶液中钠、锶的质量浓度。

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

6.10.5 试验数据处理

钠含量以钠(Na)的质量分数 w_7 计,按公式(8)计算:

$$w_7 = \frac{(\rho - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

ρ ——试验溶液中钠的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0 ——空白试验溶液中钠的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

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 0.01%。

碳酸锶含量以碳酸锶(SrCO_3)质量分数 w_2 计,按公式(9)计算:

$$w_2 = \frac{(\rho_1 - \rho_0') \times 0.1 \times 1.685 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

ρ_1 ——试验溶液中锶的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

ρ_0' ——空白试验溶液中锶的质量浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

1.685——将锶换算成碳酸锶的系数;

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 0.02%。

6.11 细度的测定

6.11.1 仪器设备

6.11.1.1 试验筛:R40/3 系列, $\Phi 200 \times 50$ —0.125/0.09;GB/T 6003.1—2012。

6.11.1.2 振筛机:可以控制时间。

6.11.1.3 羊毛刷。

6.11.1.4 电热恒温干燥箱:温度可控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.11.2 试验步骤

6.11.2.1 粉状产品的测定

称取约 100 g 试样,精确至 0.01 g,置于试验筛中,用水冲洗并用羊毛刷反复刷至粉末不再通过为止。将试验筛和筛余物置于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定,将筛余物转移至预先于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定的表面皿上称量,精确至 0.001 g。

6.11.2.2 粒状产品的测定

称量约 100 g 试样,精确至 0.01 g,置于与用户协商选定的试验筛上,装好底盘,盖好筛盖,放在振筛机上振动 4 min。将试验筛上的筛余物转移至预先于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定的表面皿上称量,精确至 0.001 g。

6.11.3 试验数据处理

细度以质量分数 w_8 计,按公式(10)计算:

$$w_8 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

m_1 ——筛余物的质量的数值,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,粉状产品两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。粒状产品两次平行测定结果的相对偏差不大于 10%。

7 检验规则

7.1 本文件采用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) 要求中规定的所有指标项目为型式检验项目,在正常生产情况下,每六个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时,应进行型式检验:

- 更新关键生产工艺;
- 主要原料有变化;
- 停产又恢复生产;
- 与上次型式检验有较大差异;
- 合同规定。

b) 要求中规定的主含量、水分、盐酸不溶物灼烧残渣、氯化物、总硫、铁、细度等七项为出厂检验项目,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等级的工业碳酸钡为一批。每批产品不超过 120 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 1 000 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、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验,另一份保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

7.4 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进行复验,复验结果即使

只有一项指标不符合本文件的要求时,则整批产品为不合格。

7.5 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。

8 标志、标签

8.1 工业碳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、等级、净含量、批号(或生产日期)、本文件编号及 GB 190—2009 中第 3 章规定的“毒性物质”标志和 GB/T 191—2008 中第 2 章规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的工业碳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、等级、净含量、批号(或生产日期)、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业碳酸钡采用双层包装,内袋包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,内袋包装时将空气排出后,袋口应严密不漏;外包装采用塑料编织袋,外包装袋应牢固缝合。每袋净含量为 25 kg、50 kg 或 1 000 kg 或与客户协商确定包装方式和净含量。

9.2 工业碳酸钡运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。

9.3 工业碳酸钡应贮存于通风、干燥的仓库内,防止雨淋、受潮。

参 考 文 献

- [1] GB 190—2009 危险货物包装标志
 - [2] GB 12268—2012 危险货物品名表
-

