



中华人民共和国国家标准

GB/T 1918—2021

代替 GB/T 1918—2011

工业硝酸钾

Potassium nitrate 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 1918—2011《工业硝酸钾》，与 GB/T 1918—2011 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 修改了范围(见第 1 章,2011 年版的第 1 章)；
- 增加了分类(见第 5 章)；
- 取消了等级(见 6.2,2011 年版的 4.2)；
- 增加了铵盐和金属离子指标,并按分类设置了指标要求(见 6.2,2011 年版的 4.2)；
- 修改了铁含量的测定方法(见 7.12,2011 年版的 5.11)；
- 增加了铵盐含量测定目视比色法(见 7.9.2,2011 年版的 5.12)；
- 增加了松散度测定方法(见 7.11)；
- 增加了金属离子含量的测定方法(见 7.12)。

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：江西金利达钾业有限责任公司、青海联大化工科技有限公司、潍坊昌盛硝盐有限公司、山东爱能森新材料科技有限公司、文通钾盐集团有限公司、中国科学院青海盐湖研究所、文水县振兴化肥有限公司、金钾科技有限公司、青海民族大学、交城县并盛化工有限公司、江西金泰化学新材料有限公司、山西金兰化工股份有限公司、湖南美奥钾业有限责任公司、浙江绿野净水剂科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：赵晨、余荣华、牟邦志、曾智勇、李强、魏明、王宝、梁廷刚、李海朝、武建生、熊云生、蔺向光、黄凌峰、俞明华、王彦、田野、黄小琳、梁永祥、李积升、赵家春、赵燕、杨小波、李楷、陆思伟、何国元、王莹。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1980 年首次发布为 GB 1918—1980,1986 年第一次修订,1998 年第二次修订,2011 年第三次修订；
- 本次为第四次修订。

工业硝酸钾

警告:依据 GB 12268—2012 第 6 章的规定,本产品属于第 5 类第 5.1 项氧化性物质,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

本文件规定了工业硝酸钾的分类、要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。
本文件适用于工业硝酸钾。

注:该产品主要用于熔盐、黑火药、导火索、医药中间体、光学玻璃、氨触媒、金属热处理、瓷釉等行业。

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 3051—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法

GB/T 3600—2000 肥料中氨态氮含量的测定 甲醛法

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/T 23945—2009 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 目视比浊法

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

JT/T 617(所有部分) 危险货物道路运输规则

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:KNO₃

相对分子质量:101.10(按 2018 年国际相对原子质量)



5 分类

工业硝酸钾分为三个类别,其主要用途如下:

- I类产品主要用于熔盐制造;
- II类产品分两个类型,其中I型产品主要用于制造黑火药、导火索、医药中间体及玻璃澄清剂等,II型产品主要用于金属热处理、制造瓷釉彩药等;
- III类产品为添加无机盐类防结块剂产品,主要用于玻璃及陶瓷的助熔剂。

6 要求

6.1 外观:工业硝酸钾为白色结晶或球型颗粒。

6.2 工业硝酸钾按本文件规定的试验方法检测应符合表1规定。

表 1

项 目		指 标			
		I类	II类		III类
			I型	II型	
硝酸钾(KNO ₃)(以干基计) w/%	≥	99.8	99.6	99.4	98.5
水分 w/%	≤	0.10	0.10	0.15	0.10
水不溶物 w/%	≤	0.01	0.01	0.03	0.02
氯化物(以 Cl 计) w/%	≤	0.01	0.02	0.02	0.02
硫酸盐(以 SO ₄ 计) w/%	≤	0.005	0.005	0.01	0.01
碳酸盐(以 CO ₃ 计) w/%	≤	0.01	0.01	0.01	0.45
铵盐(以 NH ₄ 计) w/%	≤	0.02	0.07	—	—
吸湿率 w/%	≤	—	0.20	0.25	—
松散度(通过 4.75 mm 试验筛) w/%	≥	—	—	—	95
金属离子	铁(Fe)w/%	≤	0.003	0.003	—
	钙(Ca)w/%	≤	0.001	—	—
	镁(Mg)w/%	≤	0.001	—	—
	钡(Ba)w/%	≤	0.001	—	—
	锌(Zn)w/%	≤	0.001	—	—
	锰(Mn)w/%	≤	0.001	—	—
	铜(Cu)w/%	≤	0.001	—	—
	镉(Cd)w/%	≤	0.001	—	—
	铬(Cr)w/%	≤	0.001	—	—
	铅(Pb)w/%	≤	0.001	—	—
I类及II类I型产品不应添加有机类防结块剂。					

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 中规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、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。

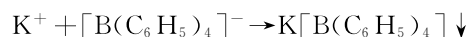
7.2 外观检验

在自然光下用目视法进行判定。

7.3 硝酸钾含量的测定

7.3.1 原理

在中性介质中,钾离子与四苯硼钠进行反应,生成四苯硼钾沉淀。如有铵离子存在,可加入甲醛溶液消除铵离子的干扰。根据生成的四苯硼钾的质量,确定硝酸钾含量。其主要反应式为:



7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 无水乙醇。

7.3.2.2 甲醛溶液:用前过滤。

7.3.2.3 乙酸溶液:1+100。

7.3.2.4 氢氧化钠溶液:4 g/L。

7.3.2.5 四苯硼钠乙醇溶液。

7.3.2.6 四苯硼钾乙醇饱和溶液。

7.3.2.7 甲基橙指示液:1 g/L。

7.3.2.8 酚酞指示液:10 g/L。

7.3.3 仪器设备

7.3.3.1 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $120\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

7.3.3.2 玻璃砂坩埚:滤板孔径 $5\text{ }\mu\text{m} \sim 15\text{ }\mu\text{m}$ 。

7.3.4 试验步骤

7.3.4.1 试验溶液的制备

称取约 1.0 g~1.2 g 样品,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加水溶解,溶液转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.3.4.2 试验

用移液管移取 25 mL 试验溶液,置于 150 mL 烧杯中,加 20 mL 水、2 滴甲基橙指示液,用乙酸溶液调节溶液恰呈红色。如含铵盐,滴加 1 滴~2 滴酚酞指示液、2 mL 甲醛溶液,用氢氧化钠溶液调节成微红色。用恒温水浴加热溶液至 $45\text{ }^\circ\text{C}$ (继续保持溶液呈微红色,如有沉淀物应进行过滤及充分洗涤),在搅拌下滴加 8 mL 四苯硼钠乙醇溶液(滴加时间约为 5 min),继续搅拌 1 min。放置 30 min 后,用预先在 $120\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,用 20 mL 四苯硼钾乙醇饱和溶

液转移沉淀,并用 15 mL 四苯硼钾乙醇饱和溶液分 3 次~4 次洗涤沉淀(每次应抽干),再用 2 mL 无水乙醇沿坩埚内壁洗涤一次,抽干。于 120 °C ± 2 °C 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

7.3.4.3 试验数据处理

硝酸钾含量以硝酸钾(KNO₃)的质量分数 w_1 计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{0.2822(m_2 - m_1)}{m(V_1/V)(1 - w_2)} \times 100\% - 3.37w_6 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- 0.2822——将四苯硼钾换算为硝酸钾的系数;
- m_2 ——干燥至质量恒定后玻璃砂坩埚和四苯硼钾沉淀的的质量的数值,单位为克(g);
- m_1 ——干燥至质量恒定后玻璃砂坩埚的的质量的数值,单位为克(g);
- m ——样品的质量的数值,单位为克(g);
- V_1 ——7.3.4.2 中移取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V ——7.3.4.1 中试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- w_2 ——7.4 中测得的水分;
- 3.37 ——碳酸盐换算为硝酸钾的系数;
- w_6 ——7.8 中测得的碳酸盐的质量分数。

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 0.2%。

7.4 水分的测定

7.4.1 仪器设备

7.4.1.1 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 °C ± 2 °C。

7.4.1.2 称量瓶:Φ50 mm×30 mm。

7.4.2 试验步骤

称取约 5 g 样品,精确至 0.000 2 g。置于预先于 105 °C ± 2 °C 干燥至质量恒定的称量瓶中。在 105 °C ± 2 °C 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

7.4.3 试验数据处理

水分以质量分数 w_2 计,按公式(2)计算:

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

- m ——样品的质量的数值,单位为克(g);
- m_1 ——干燥至质量恒定后样品的质量的数值,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,平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

7.5 水不溶物含量的测定

7.5.1 试剂或材料

二苯胺-硫酸溶液:称取 1 g 二苯胺溶于 100 mL 硫酸中。

7.5.2 仪器设备

7.5.2.1 电热恒温干燥箱:温度能控制在 105 °C ± 2 °C。



7.5.2.2 玻璃砂坩埚:滤板孔径 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

7.5.3 试验步骤

称取约 10 g 样品,精确至 0.01 g。置于 400 mL 烧杯中,加约 150 mL 水,加热至沸,使样品完全溶解。用预先于 $105\ \text{℃}\pm 2\ \text{℃}$ 干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,用热水洗至残渣无硝酸根离子为止(以二苯胺-硫酸溶液检查时无蓝色)。残渣连同玻璃砂坩埚于 $105\ \text{℃}\pm 2\ \text{℃}$ 下干燥至质量恒定。

7.5.4 试验数据处理

水不溶物含量的质量分数 w_3 ,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——干燥至质量恒定后水不溶物和玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——干燥至质量恒定后玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——样品的质量的数值,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 0.005%。

7.6 氯化物含量的测定

7.6.1 汞量法(仲裁法)

7.6.1.1 原理

同 GB/T 3051—2000 第 3 章。

7.6.1.2 试剂或材料

7.6.1.2.1 尿素。

7.6.1.2.2 其他同 GB/T 3051—2000 第 4 章。

7.6.1.3 仪器设备

微量滴定管:分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

7.6.1.4 试验步骤

7.6.1.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约 100 g 样品,精确至 0.01 g。置于 500 mL 烧杯中,加约 360 mL 水,加热使样品完全溶解,冷却至室温。全部移入 500 mL(V_1)容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于氯化物、硫酸盐、碳酸盐、铵盐含量的测定。

7.6.1.4.2 参比溶液的制备

在 250 mL 锥形瓶中加入 50 mL 水,加 3 g 尿素,加热溶解。在微沸下滴加硝酸(1+1)溶液至无细小气泡产生,冷却。加 2 滴~3 滴溴酚蓝指示液,用氢氧化钠(1 mol/L)溶液调至溶液呈蓝色,再用硝酸(1 mol/L)溶液调至溶液由蓝色变黄色再过量 2 滴~6 滴。加入 1.0 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,以微量滴定管用浓度 $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]$ 为 0.05 mol/L 的硝酸汞标准滴定溶液滴定至紫红色。记录所用硝酸汞标准滴定溶液的体积(V_0)。此溶液使用前制备。

7.6.1.4.3 试验

用移液管移取 50 mL(V_2)试验溶液 A(见 7.6.1.4.1),置于 250 mL 锥形瓶中。加 3 g 尿素,加热溶解。在微沸下滴加硝酸(1+1)溶液至无细小气泡产生,冷却。加 2 滴~3 滴溴酚蓝指示液,用氢氧化钠(1 mol/L)溶液调至溶液呈蓝色,再用硝酸(1 mol/L)溶液调至溶液由蓝色变黄色再过量 2 滴~6 滴。加 1.0 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,用浓度 $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]$ 为 0.05 mol/L 的硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为与参比溶液相同的紫红色为终点。含汞废液的处理按 GB/T 3051—2000 附录 D 进行操作。

7.6.1.5 试验数据处理

氯化物以氯(Cl)的质量分数 w_4 计,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m(V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- V ——测定时消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_0 ——制备参比溶液时消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- c ——硝酸汞标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- M ——氯化物(以 Cl 计)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[$M(\text{Cl})=35.45$];
- m ——7.6.1.4.1 中试验溶液 A(见 7.6.1.4.1)中所含样品的质量的数值,单位为克(g);
- V_2 ——7.6.1.4.3 中移取试验溶液 A(见 7.6.1.4.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_1 ——7.6.1.4.1 中试验溶液 A(见 7.6.1.4.1)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 0.002%。

7.6.2 目视比浊法

7.6.2.1 原理

同 GB/T 23945—2009 第 3 章。

7.6.2.2 试剂或材料

同 GB/T 23945—2009 第 6 章。

7.6.2.3 试验步骤

用移液管移取 5 mL 试验溶液 A(见 7.6.1.4.1)置于 50 mL 比色管中,加水约至 40 mL,加 1.0 mL 硝酸溶液和 1.0 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀,静置 10 min。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。

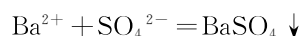
标准比浊溶液是移取(I类:1.00 mL; II类 I型、II类 II型、III类:2.00 mL)氯化物标准溶液[1 mL 含氯(Cl)0.10 mg],与试验溶液同时同样处理。

7.7 硫酸盐含量的测定

7.7.1 重量法(仲裁法)

7.7.1.1 原理

硫酸盐可与钡离子在酸性条件下生成硫酸钡沉淀,称量生成的硫酸钡的质量。其主要反应式为:



7.7.1.2 试剂或材料

7.7.1.2.1 盐酸。

7.7.1.2.2 盐酸溶液:1+1。

7.7.1.2.3 氯化钡溶液:100 g/L。

7.7.1.2.4 硝酸银溶液:17 g/L。

7.7.1.3 仪器设备

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

7.7.1.4 试验步骤

用移液管移取 50 mL(V_2)试验溶液 A(见 7.6.1.4.1),置于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 盐酸,置于沸水浴上蒸发至干。再加 10 mL 盐酸再蒸干,重复蒸干三次。加 50 mL 水溶解残渣,加 4 mL 盐酸溶液酸化。用中速滤纸过滤,用水洗涤沉淀,至滤液体积约为 250 mL,煮沸,在不断搅拌下滴加 10 mL 氯化钡溶液(约 90 s 滴加完毕)。在不断搅拌下继续煮沸 2 min,放置过夜或放置于沸水浴中 2 h。用慢速定量滤纸过滤,用热水洗涤沉淀至无氯离子为止(取 5 mL 滤液,加 1 mL 硝酸银溶液混匀,5 min 后无沉淀出现)。将滤纸连同沉淀一起移入预先在 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定的瓷坩埚内,在电炉上灰化后置于高温炉中,在 $800\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下灼烧至质量恒定。

7.7.1.5 试验数据处理

硫酸盐含量以硫酸根(SO_4)的质量分数 w_5 计,按公式(5)计算:

$$w_5 = \frac{0.4115(m_0 - m_1)}{m(V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

0.4115——将硫酸钡换算为硫酸根的系数;

m_0 ——灼烧至质量恒定后瓷坩埚和沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——灼烧至质量恒定后瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——7.6.1.4.1 中试验溶液 A(见 7.6.1.4.1)中所含样品的质量的数值,单位为克(g);

V_2 ——7.7.1.4 中移取试验溶液 A(见 7.6.1.4.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

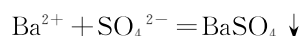
V_1 ——7.6.1.4.1 中试验溶液 A(见 7.6.1.4.1)的体积的数值,单位为毫升(mL)。

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 0.005%。

7.7.2 目视比浊法

7.7.2.1 原理

硫酸盐可与钡离子在酸性条件下生成硫酸钡沉淀,当硫酸盐含量较低时形成悬浊液,可用于硫酸盐含量的测定。其主要反应式为:



7.7.2.2 试剂或材料

7.7.2.2.1 盐酸溶液:1+4。

7.7.2.2.2 氯化钡溶液:100 g/L。

7.7.2.2.3 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO₄)0.1 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.7.2.3 试验步骤

用移液管移取 5 mL 试验溶液 A(见 7.6.1.4.1),置于 100 mL 比色管中,加水至约 75 mL,加 1 mL 盐酸溶液及 2 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀。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。

标准比浊溶液是取硫酸盐标准溶液(I类、II类 I型:0.50 mL; II类 II型、III类:1.00 mL),移入 100 mL 比色管中,加水至约 75 mL,与同体积的试验溶液同时同样处理。

7.8 碳酸盐含量的测定

7.8.1.1 原理

以甲基橙为指示液,用盐标准滴定溶液滴定。

7.8.1.2 试剂或材料

7.8.1.2.1 盐酸标准滴定溶液:c(HCl)≈0.1 mol/L。

7.8.1.2.2 盐酸标准滴定溶液:c(HCl)≈0.5 mol/L。

7.8.1.2.3 甲基橙指示液:1 g/L。

7.8.1.3 试验步骤

521C 用移液管移取 50 mL 或 5 mL(III类)(V₂)试验溶液 A(见 7.6.1.4.1),置于 250 mL 锥形瓶中,加入 3 滴甲基橙指示液。用 c(HCl)≈0.1 mol/L 或 c(HCl)≈0.5 mol/L 盐酸标准滴定溶液滴定至溶液变为橙色为止。

7.8.1.4 试验数据处理

碳酸盐含量以碳酸根(CO₃)的质量分数 ω₆ 计,按公式(6)计算:

$$\omega_6 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m(V_2/V_1)} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中:

V ——滴定时消耗盐酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——碳酸盐的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)[M(1/2 CO₃)=29.99];

m ——7.6.1.4.1 中试验溶液 A(见 7.6.1.4.1)中所含样品的质量的数值,单位为克(g);

V₂ ——7.8.1.3 中所移取试验溶液 A(见 7.6.1.4.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V₁ ——7.6.1.4.1 中试验溶液 A(见 7.6.1.4.1)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 I 类产品、II 类产品不大于 0.002%; III 类产品不大于 0.02%。

7.9 铵盐含量的测定

7.9.1 甲醛法(仲裁法)

7.9.1.1 原理

同 GB/T 3600—2000 第 3 章。

7.9.1.2 试剂或材料

同 GB/T 3600—2000 中 4.1。

7.9.1.3 试验步骤

用移液管移取 50 mL (V_2) 试验溶液 A (见 7.6.1.4.1), 置于 250 mL 锥形瓶中。以下操作按 GB/T 3600—2000 中 4.3 从“加 1 滴甲基红指示液……”开始进行操作, 同时做空白试验。

7.9.1.4 试验数据处理

铵盐含量以铵(NH_4)的质量分数 w_7 计, 按公式(7)计算:

$$w_7 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m(V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

V ——滴定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

M ——铵的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{NH}_4) = 18.03$];

m ——7.6.1.4.1 中试验溶液 A (见 7.6.1.4.1) 中所含样品的质量的数值, 单位为克(g);

V_2 ——7.9.1.3 中所移取试验溶液 A (见 7.6.1.4.1) 的体积的数值, 单位为毫升(mL);

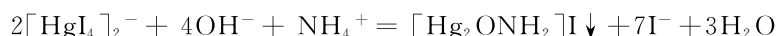
V_1 ——7.6.1.4.1 中试验溶液 A (见 7.6.1.4.1) 的体积的数值, 单位为毫升(mL)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定结果的绝对差值不大于 0.002%。

7.9.2 目视比色法

7.9.2.1 原理

在碱性溶液中, 游离氨或结合铵与纳氏试剂反应, 产生淡黄色到棕色的胶态化合物, 铵含量较高时, 生成物为红褐色沉淀, 铵含量较低时, 则形成稳定的悬浮液, 可用于铵盐的目视比色法测定。其主要反应式为:



7.9.2.2 试剂或材料

7.9.2.2.1 氢氧化钠溶液: 320 g/L。

7.9.2.2.2 纳氏试剂。

7.9.2.2.3 铵标准溶液: 1 mL 溶液含铵(NH_4) 0.1 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铵标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

7.9.2.3 试验步骤

用移液管移取 5 mL 试验溶液 A (见 7.6.1.4.1), 置于 100 mL 比色管中, 加水至约 75 mL, 加 3 mL 氢氧化钠溶液及 2 mL 纳氏试剂, 用水稀释至刻度, 摇匀。如果所产生的颜色深于标准比色溶液, 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。

标准比色溶液是取铵标准溶液[2.00 mL (I 类)、7.00 mL (II 类 I 型)], 移入 100 mL 比色管中, 加水至约 75 mL, 与同体积的试验溶液同时同样处理。

7.10 吸湿率的测定

7.10.1 原理

将测定水分后的样品置于盛有饱和硝酸钾溶液的干燥器中,在一定温度下放置一定时间后,考察样品的吸湿情况。

7.10.2 试剂或材料

饱和硝酸钾溶液。

7.10.3 仪器设备

干燥器:直径 $\Phi 140$ mm,底层盛有 100 mL 饱和硝酸钾溶液。

7.10.4 试验步骤

将 7.4 中干燥至质量恒定后的样品连同称量瓶置于干燥器中,取下称量瓶盖,将干燥器盖好。在 $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的环境下放置 6 h,取出称量瓶及瓶盖,用滤纸擦干表面水分,称量。

7.10.5 试验数据处理

吸湿率的质量分数以 ω_8 计,按公式(8)计算:

$$\omega_8 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(8)$$

式中:

m ——7.4 中干燥至质量恒定的样品的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——样品吸收水分后的质量的数值,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,平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

7.11 松散度的测定

7.11.1 方法提要

将堆放一定时间的袋装样品,从 1 m 高度自由降落于坚硬的平面上,过筛后称量留在筛上的样品质量。

7.11.2 仪器

7.11.2.1 试验筛:长 950 mm、宽 600 mm,带有高约 120 mm 的木框,筛网孔径 4.75 mm。

7.11.2.2 秒表。

7.11.2.3 台秤:10 kg,分度值 0.1 kg。

7.11.3 分析步骤

从仓库内选取堆码时间不超过 6 个月的袋装产品,由上而下第七层袋装产品作为试验用样品并称量。利用机械或人工使试验用样品从 1 m 高度自由平落到平整、坚硬的平面上。将袋翻转,然后将袋内样品全部倒在试验筛内,以每秒一次的频率进行筛分,筛分行程为 400 mm,筛分时间 1 min。筛分完成后,称量试验筛上样品的质量。试验次数不应少于 3 次,每次试验取一袋产品。

7.11.4 结果计算

松散度以粒径小于 4.75 mm 的试样的质量分数 ω_9 计,按公式(9)计算:



$$\omega_g = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(\frac{m - m_i}{m} \right) \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

n —— 试验次数;

m —— 样品的质量的数值,单位为千克(kg);

m_i —— 第 i 袋筛分后试验筛上样品的质量的数值,单位为千克(kg)。

7.12 金属离子含量的测定

7.12.1 原理

样品试验溶液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的轴向通道,在高温和惰性气体中被蒸发、原子化、电离和激发,发射出的所含离子的特征谱线经分光系统进入光谱检测器,光谱检测器依据特征光谱进行定量检测,采用标准加入法确定各金属离子的含量。

7.12.2 试剂或材料

7.12.2.1 硝酸溶液:1+4。

7.12.2.2 金属离子标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)、钙(Ca)、镁(Mg)、钡(Ba)、锌(Zn)、锰(Mn)、铜(Cu)、镉(Cd)、铬(Cr)、铅(Pb)各 0.1 mg。用移液管各 10 mL 移取按 HG/T 3696.2 配制的铁(Fe)、钙(Ca)、镁(Mg)、钡(Ba)、锌(Zn)、锰(Mn)、铜(Cu)、镉(Cd)、铬(Cr)、铅(Pb)杂质标准贮备溶液分别置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.12.2.3 金属离子标准混合溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)、钙(Ca)、镁(Mg)、钡(Ba)、锌(Zn)、锰(Mn)、铜(Cu)、镉(Cd)、铬(Cr)、铅(Pb)各 10 μ g。用移液管各移取 10 mL 铁(Fe)、钙(Ca)、镁(Mg)、钡(Ba)、锌(Zn)、锰(Mn)、铜(Cu)、镉(Cd)、铬(Cr)、铅(Pb)标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.12.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES):测定 1 mg/L 或 10 mg/L 多元素混合标准溶液,重复测定 10 次的 RSD \leq 0.5%。各被测定离子 ICP-OES 常用谱线及检出限见附录 A。

7.12.4 试验步骤

7.12.4.1 试验溶液的制备

称取约 10 g 样品,精确至 0.01 g。置于 250 mL 烧杯中,加约 150 mL 水,加热至沸,使试样完全溶解,冷却至室温。全部移入 250 mL(V_1)容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.12.4.2 试验

用移液管移分别取 5 份 20 mL(V_2)试验溶液,置于 5 个 100 mL 容量瓶中,各加入 5 mL 硝酸溶液,再分别加入 0.0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 金属离子标准混合溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

开启电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES),待运转稳定后,在所选优化条件下,分别测得各金属离子不同质量的发射光谱强度。以被测金属离子质量数值 A 为横坐标,对应的发射光谱强度 I 为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线的反向延长线与横坐标相交,交点与原点之间距离即为被测离子质量(见图 1),经计算得各离子含量。

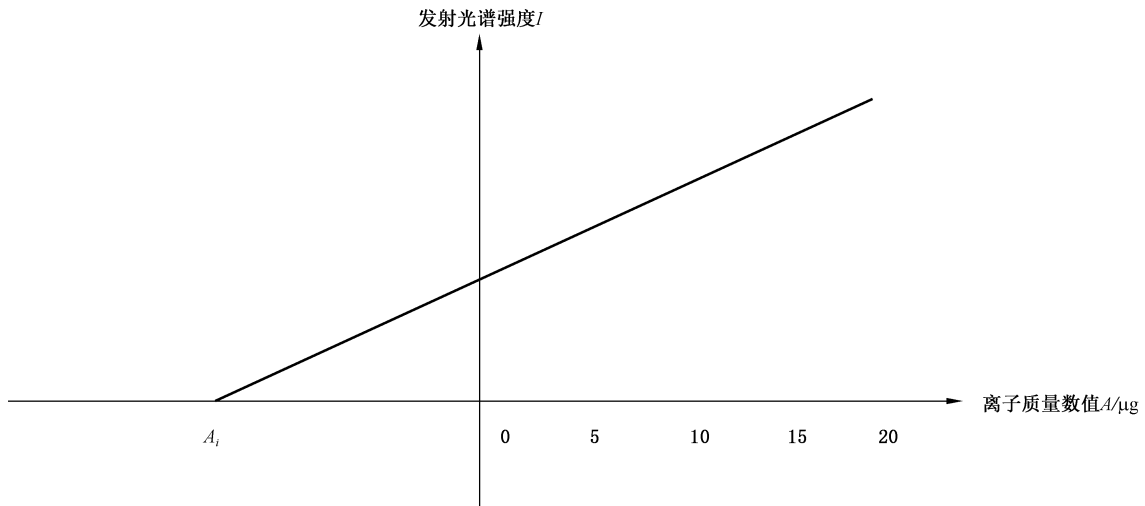


图 1 工作曲线图

7.12.5 试验数据处理



金属离子含量以铁(Fe)、钙(Ca)、镁(Mg)、钡(Ba)、锌(Zn)、锰(Mn)、铜(Cu)、镉(Cd)、铬(Cr)、铅(Pb)的质量分数 ω_{10} ，按公式(10)计算：

$$\omega_{10} = \frac{A_i \times 10^{-6}}{m \times (V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中：

- A_i ——从工作曲线上查出的铁(Fe)、钙(Ca)、镁(Mg)、钡(Ba)、锌(Zn)、锰(Mn)、铜(Cu)、镉(Cd)、铬(Cr)、铅(Pb)的质量的数值,单位为微克(μg)；
- m ——7.12.4.1 中试验溶液中所含样品的质量的数值,单位为克(g)；
- V_2 ——7.12.4.2 中所移取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)；
- V_1 ——7.12.4.1 中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,平行测定结果的相对偏差应不大于 10%。

8 检验规则

8.1 本文件采用型式检验和出厂检验,型式检验和出厂检验项目如下。

- 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 30 天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：
 - 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) 要求中硝酸钾、水分、水不溶物、氯化物、硫酸盐、碳酸盐、铵盐含量、吸湿率为出厂检验项目,应逐批检验。

8.2 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硝酸钾为一批。每批产品不超过 100 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上方插入至料层深度的 3/4 处采样。将所采的样品混匀,用四分法缩分至约 800 g,分装入两个干燥、清洁的广口瓶或塑料袋中,密封。瓶或袋上粘贴标签,注明:生产厂名称、产品名称、类型、等级、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。

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进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本文件的要求时,则整批产品为不合格。

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文件。

9 标志、标签

9.1 工业硝酸钾包装袋上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、类型、净含量、批号或生产日期、本文件编号以及 GB 190—2009 第 3 章规定的“氧化性物质”标志、GB/T 191—2008 第 2 章规定的“怕晒”“怕雨”标志。

9.2 每批出厂的工业硝酸钾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、类型、净含量、批号或生产日期、本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 工业硝酸钾采用内衬聚乙烯塑料袋,外套塑料编织袋包装;或采用覆膜塑料编织袋包装。内袋热合或扎口,外袋应牢固缝合。每袋净含量 25 kg、50 kg。用户对包装规格有特殊要求时,可供需协商,其包装类别见 GB 12268—2012 中表 1,包装件限制质量见 GB 12463—2009 中附录 A。

10.2 工业硝酸钾的运输应符合危险货物运输安全监督管理的相关规定及 JT/T 617(所有部分)的要求。运输过程中应有遮盖物,防止曝晒和雨淋,防止猛烈撞击。严禁与硫磺、木屑、金属粉末及有机物、还原性物质等禁忌物同车混运。运输车辆装卸前后均应彻底清扫、洗净,不应有硫磺、木屑、有机物等残留物质。装卸时要轻拿轻放,防止摩擦,严禁撞击。

10.3 工业硝酸钾应贮存于通风、干燥的库房内。防止雨淋、受潮,避免阳光直射,同时还应符合 GB 15603 的规定。

附录 A

(资料性)

ICP-OES 常用谱线及检出限

表 A.1 给出了各被测定离子 ICP-OES 常用谱线及检出限。

表 A.1

序号	名称	元素	波长 λ/nm	检出限 DL/ $(\mu\text{g}/\text{mL})$	主要光谱干扰	备注 [制剂限度/ $(\mu\text{g}/\text{mL})$]
1	钙	Ca	393.37 <u>317.93</u>	0.000 02 0.003	—	—
2	镁	Mg	279.55 <u>279.08</u>	0.000 05 0.02	— Ti	—
3	钡	Ba	<u>455.40</u>	0.000 2	—	—
4	铁	Fe	238.20 239.56 <u>259.94</u>	0.002 0.002 0.002	—	130
5	锌	Zn	202.55 206.19 <u>213.86</u>	0.002 0.003 0.005	Mg, Cu Cr, Bi Ni, V	130
6	锰	Mn	<u>257.61</u> 259.37	0.000 5 0.000 8	— Fe, Mo, Nb, Ta	25
7	铜	Cu	<u>324.75</u> 224.70 327.40	0.002 0.004 0.005	—	25
8	镉	Cd	214.44 228.80 <u>226.50</u>	0.002 0.002 0.003	Pt As Ni	0.5 ^b
9	铬	Cr	<u>205.55</u> 206.15 <u>267.72</u> 283.56	0.003 0.004 0.004 0.004	— Bi, Zn, Pt Pt Fe	2.5
10	铅	Pb ^a	<u>220.35</u>	0.03	Pd, Sn	1 ^b
注：波长下划横线者为最佳波长。						
^a 该元素可用氢化法测定，其检出限比表中列出的检出限低 100 倍~200 倍。						
^b USP 评判标准。						

参 考 文 献

- [1] GB 190—2009 危险货物包装标志
 - [2] GB 12268—2012 危险物品名表
 - [3] GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件
 - [4] GB 15603 常用化学危险品贮存通则
-

