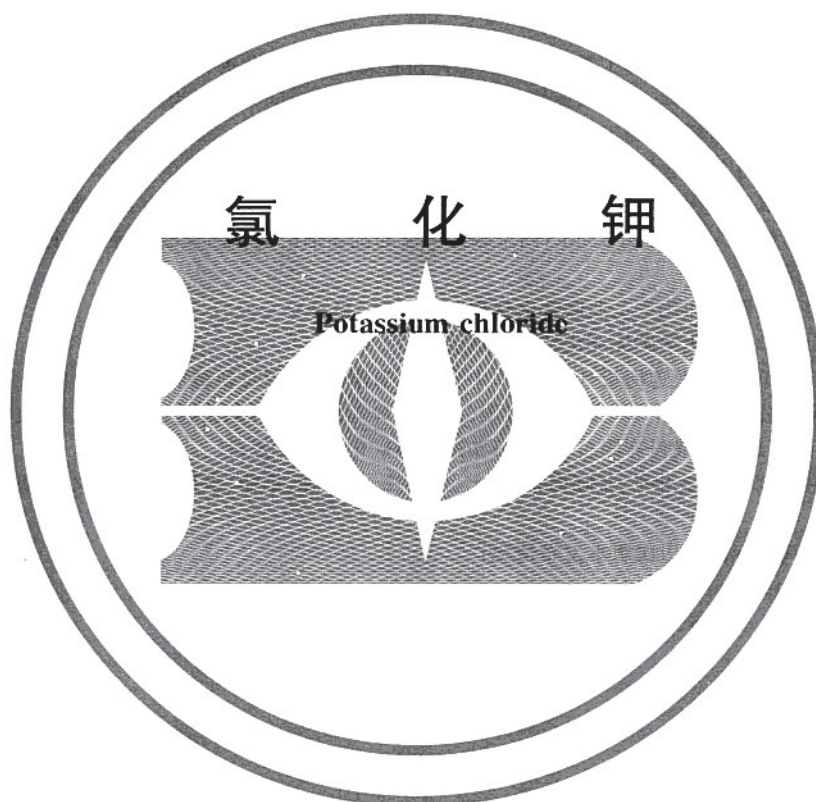


ICS 71.060.50
G 12



中华人民共和国国家标准

GB 6549—2011
代替 GB 6549—1996



2011-07-20 发布

2012-06-01 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

397

前 言

本标准第4章中4.1、4.2表1中氯化钾和水分项目、第6章、第7章中7.1和7.2为强制性的,其余为推荐性的。

本标准代替GB 6549—1996《氯化钾》。

本标准与GB 6549—1996相比主要变化如下:

- 标准的适用范围修改为“适用于由各类含钾卤水和含钾盐矿按各种工艺生产的工农业用氯化钾产品”;
- 简化了产品类别,分为Ⅰ类工业用氯化钾和Ⅱ类农业用氯化钾;
- 修改了氯化钾指标,Ⅱ类农业用合格品由前版标准的 $\geq 54\%$ 修改为 $\geq 55.0\%$;
- 修改了水分指标,Ⅰ类工业用三个等级的水分由前版标准的 $\leq 2\%$ 、 $\leq 4\%$ 、 $\leq 6\%$,修改为全部 $\leq 2.0\%$;Ⅱ类农业用三个等级由前版标准全部 $\leq 6\%$,修改为 $\leq 2.0\%$ 、 $\leq 4.0\%$ 、 $\leq 6.0\%$;
- 修改了氯化钾含量的测定方法,取消了加甲醛的步骤;四苯硼钠沉淀剂加入量由65 g/L 10 mL修改为30 g/L 12 mL;四苯硼钾沉淀的洗涤剂由饱和四苯硼钾溶液修改为1 g/L 四苯硼钠溶液。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由化学工业化学矿标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:中蓝连海设计研究院、中化化肥有限公司、国投新疆罗布泊钾盐有限公司、中国农业生产资料集团公司、海西中航三钾硅业有限公司、青海瀚海集团有限公司、青海东方优质氯化钾工业实验厂、青海省滨地钾肥股份有限公司、青海柴达木地矿化工有限公司。

本标准主要起草人:王和平、张晓梅、李学字、冯明伟、何勇锋、纪律、李灿先、张全义、葛兆民、何茂雄、崔魁民。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

- GB 6549—1986;
- GB 6549—1996。

氯化钾

1 范围

本标准规定了氯化钾产品分类、要求、试验方法、检验规则、包装、标识、运输和贮存。
本标准适用于由各类含钾卤水和含钾盐矿按各种工艺生产的工农业用氯化钾产品。

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/T 6678—2003 化工产品采样总则

GB/T 6679—2003 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 8569 固体化学肥料包装

GB/T 9723 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB 18382 肥料标识 内容和要求(GB 18382—2001,neq ISO 7409:1984)

HG/T 2843 化肥产品 化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

3 产品分类

氯化钾产品按用途分为两种类别:

I类为工业用氯化钾,适用于化工行业各种钾盐的生产,也适用于配制复混肥或直接作为肥料施用。

II类为农业用氯化钾,适用于配制复混肥或直接作为肥料施用。

4 要求

4.1 外观为白色、灰白色、微红色、浅褐色粉末状、结晶状或颗粒状。

4.2 工农业用氯化钾产品应符合表1技术要求。

表1 工农业用氯化钾技术要求

项 目	指 标					
	I 类			II 类		
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
氧化钾(K_2O)的质量分数/%	≥ 62.0	60.0	58.0	60.0	57.0	55.0
水分(H_2O)的质量分数/%	≤ 2.0	2.0	2.0	2.0	4.0	6.0
钙镁含量($Ca+Mg$)的质量分数/%	≤ 0.3	0.5	1.2	—	—	—
氯化钠($NaCl$)的质量分数/%	≤ 1.2	2.0	4.0	—	—	—
水不溶物的质量分数/%	≤ 0.1	0.3	0.5	—	—	—
注1:除水分外,各组分质量分数均以干基计。						
注2:I类中钙镁含量、氯化钠及水不溶物的质量分数作为工业用氯化钾推荐性指标,农业用不限量。						

5 试验方法

本标准所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中三级水的规格。所用溶液在没有标明配制方法时,均按 HG/T 2843 规定配制。

5.1 氧化钾含量的测定 四苯硼钾重量法

5.1.1 方法提要

试料用水溶解后,在碱性条件下加热消除试料中铵离子的干扰,加入乙二胺四乙酸二钠消除干扰分析结果的其他阳离子。钾与四苯硼钠反应生成四苯硼钾沉淀,过滤、干燥并称重。

5.1.2 试剂和溶液

5.1.2.1 氢氧化钠溶液:200 g/L。

5.1.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液:40 g/L。

5.1.2.3 四苯硼钠溶液:30 g/L。称取 30 g 四苯硼钠 $[\text{NaB}(\text{C}_6\text{H}_5)_4]$,溶于 980 mL 水中,加 4 mL 氢氧化钠溶液,20 mL 氯化镁溶液(100 g/L $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$),搅拌 15 min,使用前过滤。

5.1.2.4 四苯硼钠洗涤液:1 g/L。用 30 g/L 四苯硼钠溶液的滤液按 1+30 配制。

5.1.2.5 酚酞指示液:5 g/L。溶解 0.5 g 酚酞于 100 mL 乙醇中。

5.1.3 仪器

5.1.3.1 玻璃坩埚式过滤器:4 号,25 mL 或 30 mL。

5.1.3.2 烘箱:可调节在 $120\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.1.4 分析步骤

5.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 5 g 试料,精确至 0.001 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,在不断搅拌下加热,煮沸 5 min,取下,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为溶液 A。

干过滤溶液 A,弃去最初少量滤液,移取 25.0 mL 滤液于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为溶液 B。

5.1.4.2 测定

移取 50.0 mL 溶液 B 于 250 mL 烧杯中,加入 10 mL EDTA 溶液、2~3 滴酚酞指示液,在搅拌下逐滴加入氢氧化钠溶液至红色出现并过量 1 mL。加热煮沸 5 min,溶液保持红色,体积保持 50 mL 左右。

取下烧杯,用少许水冲洗杯壁。在不断搅拌下,缓慢滴加 12 mL 四苯硼钠溶液,继续搅拌 1 min,在流水中迅速冷却至室温,放置 10 min。

用预先在 $120\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥至恒重的玻璃坩埚式过滤器抽滤。先抽滤上层清液,用四苯硼钠洗涤液用倾斜法洗涤沉淀 4~5 次并转移沉淀至过滤器中,直至转移完全,继续用洗涤液洗涤过滤器中沉淀 3~4 次,每次用洗涤液约 5 mL。最后用水洗涤沉淀两次,每次用水约 5 mL。

将盛有沉淀的过滤器置于烘箱中,在 $120\text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 90 min。取出,放入干燥器冷却至室温,称重。

5.1.5 结果计算

氧化钾(K_2O)含量 w_1 以质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 0.1314}{m \times 25/500 \times 50/250} \times 100 \times \frac{100}{100 - w_2}$$

$$= \frac{m_1 \times 1.314}{m} \times \frac{100}{100 - w_2} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——四苯硼钾沉淀质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

w_2 ——试料中水分的质量分数, %;

0.131 4——四苯硼钾质量换算为氧化钾质量系数的数值。

计算结果表示到小数点后两位, 取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.1.6 允许差

平行测定结果的绝对差值应不大于 0.38%。

5.2 水分的测定

5.2.1 方法提要

试料在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱内干燥, 减少的质量即为水分含量。

5.2.2 仪器

5.2.2.1 称样瓶: 带磨口玻璃盖, 扁形, 直径约 60 mm, 高约 30 mm。

5.2.2.2 烘箱: 可调节在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.2.3 干燥器: 装入适当的干燥剂, 如变色硅胶等。

5.2.3 分析步骤

称取约 5 g 试料, 精确至 0.001 g, 置于预先在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的称量瓶中, 轻轻摇动称量瓶, 使试料均匀地平铺在称量瓶中, 打开称量瓶盖, 一并置于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘箱中干燥 120 min。取出称量瓶, 盖上瓶盖, 放入干燥器冷却至室温, 称重。

5.2.4 结果计算

水分(H_2O)含量 w_2 以质量分数(%)表示, 按式(2)计算。

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

式中:

m_1 ——称样瓶和试料干燥前质量的数值, 单位为克(g);

m_2 ——称样瓶和试料干燥后质量的数值, 单位为克(g);

m ——试料质量的数值, 单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位, 取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.2.5 允许差

当含量小于或等于 4.00% 时, 绝对差值应不大于 0.20%; 含量大于 4.00% 时, 绝对差值应不大于 0.30%。

5.3 钙和镁含量的测定

5.3.1 火焰原子吸收光谱法

试验中所用水应符合 GB/T 6682 中二级水的规格。

5.3.1.1 方法提要

试料用水溶解, 加入氯化镧消除共存离子的干扰, 在盐酸介质中, 使用空气-乙炔火焰, 于火焰原子吸收光谱仪波长 422.7 nm 和 285.2 nm 处测量吸光度, 以工作曲线法求出钙和镁的含量。

5.3.1.2 试剂和溶液

5.3.1.2.1 盐酸溶液: 1+1。

5.3.1.2.2 氯化钾溶液: 10 g/L。

5.3.1.2.3 氯化镧溶液: 100 g/L。

5.3.1.2.4 钙标准溶液: 1.00 mg/mL。称取 2.497 2 g 预先在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 1 h 并置于干燥器中冷却至室温的碳酸钙(高纯试剂), 置于 250 mL 烧杯中, 加 20 mL 水, 逐滴加入盐酸溶液至完全溶解, 过量 10 mL。加热煮沸, 驱尽二氧化碳, 取下冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液钙(Ca)质量浓度 1.00 mg/mL。

5.3.1.2.5 钙标准溶液: 100 $\mu\text{g/mL}$ 。移取 100.0 mL 钙标准溶液(5.3.1.2.4)于 1 000 mL 容量瓶

中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液钙(Ca)质量浓度 100 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.3.1.2.6 镁标准溶液:1.00 mg/mL 。称取 1.658 3 g 预先在 900 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1 h 并置于干燥器中冷却至室温的氧化镁(高纯试剂),置于 250 mL 烧杯中,加 20 mL 水、10 mL 盐酸溶液,微热至完全溶解。冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液镁(Mg)质量浓度 1.00 mg/mL 。

5.3.1.2.7 镁标准溶液:50 $\mu\text{g/mL}$ 。移取 50.0 mL 镁标准溶液(5.3.1.2.6)于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液镁(Mg)质量浓度 50 $\mu\text{g/mL}$ 。

5.3.1.3 仪器

火焰原子吸收光谱仪:应符合 GB/T 9723 的规定。

5.3.1.4 分析步骤

5.3.1.4.1 试验溶液的制备

按表 2 称取试料,精确至 0.001 g,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,在不断搅拌下加热,煮沸 5 min,取下冷却至室温,移入 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后干过滤,此为试验溶液 C。

按表 2 移取上述试验溶液 C 于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 氯化铜溶液、4 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。同时制备空白试验溶液。

表 2 称样量与移取试验溶液的体积

钙或镁含量/%	称样量/g	移取体积/mL	
		钙	镁
<0.1	2	50.0	50.0
0.1~0.4	2	20.0	10.0
>0.4~1.0	1	20.0	10.0

5.3.1.4.2 光度测量

在火焰原子吸收光谱仪上,用空气-乙炔火焰,以水调零,在波长 422.7 nm 处测量试验溶液和空白试验溶液中钙的吸光度,用试验溶液的吸光度减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的钙质量浓度的数值;在波长 285.2 nm 处测量试验溶液和空白试验溶液中镁的吸光度,用试验溶液的吸光度减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的镁质量浓度的数值。

5.3.1.4.3 工作曲线的绘制

分别移取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL 钙标准溶液(5.3.1.2.5)和镁标准溶液(5.3.1.2.7),一一对应,置于一组 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 氯化钾溶液、10 mL 氯化铜溶液及 4 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此系列钙质量浓度为 0.0 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、4.0 $\mu\text{g/mL}$ 、6.0 $\mu\text{g/mL}$ 、8.0 $\mu\text{g/mL}$,镁质量浓度为 0.0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、3.0 $\mu\text{g/mL}$ 、4.0 $\mu\text{g/mL}$ 。在与试验溶液相同条件下测量吸光度并减去零浓度溶液的吸光度,以钙或镁质量浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.3.1.5 结果计算

5.3.1.5.1 钙(Ca)含量 w_3 以质量分数(%)表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{\rho \times 100 \times 10^{-6}}{m \times V/250} \times 100 \times \frac{100}{100 - w_2} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查得的钙质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

V ——移取试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

w_2 ——试料中水分的质量分数,%。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.3.1.5.2 镁(Mg)含量 w_1 以质量分数(%)表示,按式(4)计算:

$$w_1 = \frac{\rho \times 100 \times 10^{-6}}{m \times V/250} \times 100 \times \frac{100}{100 - w_2} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查得的镁质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

V ——移取试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

w_2 ——试料中水分的质量分数, %。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.3.1.6 允许差

当钙或镁含量小于 0.20% 时,绝对差值应不大于 0.02%;含量 0.20%~1.00% 时,绝对差值应不大于 0.04%。

5.3.2 EDTA 容量法

5.3.2.1 方法提要

试料用水溶解,在 $\text{pH} > 12$ 条件下,加入钙羧酸指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定钙;在 $\text{pH} = 10$ 时,加入铬黑 T 指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液滴定钙、镁含量,以差减法求得镁的含量。

5.3.2.2 试剂和溶液

5.3.2.2.1 氨水溶液:1+1。

5.3.2.2.2 氢氧化钠溶液:100 g/L。

5.3.2.2.3 过氧化氢溶液:1+10。用 30% 过氧化氢配制。

5.3.2.2.4 三乙醇胺溶液:1+3。

5.3.2.2.5 氨水-氯化铵缓冲溶液($\text{pH} = 10$)称取 67.5 g 氯化铵溶于水,加入 570 mL 氨水,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

5.3.2.2.6 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) = 0.02 \text{ mol/L}$ 。配制与标定按 HG/T 2843 执行。

5.3.2.2.7 钙羧酸指示剂:称取 0.2 g 钙羧酸指示剂[2-羟基-1-(2-羧基-4-磺酸-1-萘基偶氮)-3-萘甲酸]和 10 g 经 110 °C 干燥的氯化钠,置于研钵中研细混匀,贮于棕色磨口瓶中,放入干燥器中备用。

5.3.2.2.8 铬黑 T 指示液:5 g/L。称取 0.5 g 铬黑 T,溶于 100 mL 三乙醇胺溶液(5.3.2.2.4)中。

5.3.2.3 分析步骤

5.3.2.3.1 试验溶液的制备

按表 3 称取试料,精确至 0.001 g,置于 400 mL 烧杯中,加 150 mL 热水,在搅拌下加 4~5 滴过氧化氢溶液,加热煮沸至无小气泡(约 5 min),取下冷却至室温,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.3.2.3.2 钙含量的测定

按表 3 移取试验溶液于 250 mL 烧杯中,用水稀释至约 100 mL,加入 5 mL 三乙醇胺溶液,用氢氧化钠溶液调至 $\text{pH} > 12$,加钙羧酸指示剂少许,搅匀,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由酒红色变纯蓝色为终点。

5.3.2.3.3 镁含量的测定

按表 3 移取试验溶液于 250 mL 烧杯中,用水稀释至约 100 mL,加入 5 mL 三乙醇胺溶液,加 5 mL 氨水-氯化铵缓冲溶液及 2 滴铬黑 T 指示液,搅匀,用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由酒红色变纯蓝色为终点。

5.3.2.3.4 空白试验

钙和镁含量的测定均需与试料测定同时做空白试验。

表 3 称样量与移取试验溶液的体积

钙或镁含量/%	称样量/g	移取体积/mL
<0.1	10	50.0
0.1~0.5	10	20.0
>0.5~1.0	5	20.0

5.3.2.4 结果计算

5.3.2.4.1 钙(Ca)含量 w_5 以质量分数(%)表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{c \times (V_2 - V_1) \times M \times 10^{-3}}{m \times V/200} \times 100 \times \frac{100}{100 - w_2}$$

$$= \frac{c \times (V_2 - V_1) \times 4.008}{m \times V/200} \times \frac{100}{100 - w_2} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

c ——EDTA 标准滴定溶液的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——EDTA 标准滴定溶液滴定钙体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——EDTA 标准滴定溶液滴定钙空白试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——移取试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

w_2 ——试料中水分的质量分数,%;

M ——钙(Ca)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=40.08$)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.3.2.4.2 镁(Mg)含量 w_6 以质量分数(%)表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{c \times [(V_4 - V_3) - (V_2 - V_1)] \times M \times 10^{-3}}{m \times V/200} \times 100 \times \frac{100}{100 - w_2}$$

$$= \frac{c \times [(V_4 - V_3) - (V_2 - V_1)] \times 2.430}{m \times V/200} \times \frac{100}{100 - w_2} \dots\dots\dots(6)$$

式中:

c ——EDTA 标准滴定溶液的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V_4 ——EDTA 标准滴定溶液滴定钙镁含量体积的数值,单位为毫升(mL);

V_3 ——EDTA 标准滴定溶液滴定钙镁含量空白试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——EDTA 标准滴定溶液滴定钙体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——EDTA 标准滴定溶液滴定钙空白试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——吸取试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

w_2 ——试料中水分的质量分数,%;

M ——镁(Mg)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=24.30$)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.3.2.5 允许差

当钙或镁含量小于 0.20%时,绝对差值应不大于 0.02%;含量 0.20%~1.00%时,绝对差值应不大于 0.04%。

5.4 氯化钠含量的测定 火焰发射分光光度法

试验中所用水应符合 GB/T 6682 中二级水的规格。

5.4.1 方法提要

试料用水溶解,用火焰激发钠原子,所产生的 589 nm 谱线强度与标准溶液发射的强度相对比,求

出氯化钠的含量。

5.4.2 试剂和溶液

5.4.2.1 氯化钾溶液:90 mg/mL。

5.4.2.2 钠标准溶液:1.0 mg/mL。称取预先在 400 °C 干燥的 2.542 1 g 氯化钠(基准试剂),溶解于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液钠(Na)质量浓度 1.00 mg/mL。

5.4.3 仪器

火焰分光光度仪。

5.4.4 分析步骤

5.4.4.1 试验溶液的制备

称取约 1 g 试料,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,加入约 50 mL 水,在不断搅拌下加热,煮沸 5 min,取下,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.4.4.2 光度测量

5.4.4.2.1 初步测量

干过滤试验溶液,弃去最初少量滤液。移取约 50 mL 滤液于 50 mL 烧杯中,按火焰分光光度仪的规定操作测量钠谱线的辐射强度。由工作曲线查出试验溶液中钠的近似含量。

5.4.4.2.2 工作曲线的绘制

移取 0.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、15.0 mL、20.0 mL、25.0 mL 钠标准溶液,分别注入一组 500 mL 容量瓶中,各加入 10.0 mL 氯化钾溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此系列含钠 0.0 mg、5.0 mg、10.0 mg、15.0 mg、20.0 mg、25.0 mg。分别移取约 50 mL 溶液于 50 mL 烧杯中,按火焰分光光度仪的规定操作测量钠谱线的辐射强度。以钠的浓度为横坐标,相应的辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.4.4.2.3 精确测量 插入法

根据初步测量试验溶液中钠的含量,配制两个浓度相近的钠标准溶液,使试验溶液中钠的含量正好位于中间,然后按火焰分光光度仪的规定操作测量钠谱线的辐射强度。

5.4.5 结果计算

5.4.5.1 钠(Na)的质量 m_0 (mg)按式(7)计算:

$$m_0 = m_1 + (m_2 - m_1) \frac{E_0 - E_1}{E_2 - E_1} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——低浓度标准溶液中钠质量的数值,单位为毫克(mg);

m_2 ——高浓度标准溶液中钠质量的数值,单位为毫克(mg);

E_1 ——低浓度标准溶液的测量值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

E_2 ——高浓度标准溶液的测量值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

E_0 ——试验溶液的测量值。

5.4.5.2 氯化钠(NaCl)含量 w_7 以质量分数(%)表示,按式(8)计算:

$$w_7 = \frac{m_0 \times 2.542 \ 1 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \times \frac{100}{100 - w_2} \dots\dots\dots (8)$$

式中:

m_0 ——钠质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

w_2 ——试料中水分的质量分数,%;

2.542 1——钠质量换算为氯化钠质量的系数。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

注:除了插入法外,可以根据仪器的功能,采用不同的测定方法。

5.4.6 允许差

当含量小于或等于 2.00% 时,绝对差值应不大于 0.10%;含量大于 2.00% 时,绝对差值应不大于 0.20%。

5.5 水不溶物含量的测定

5.5.1 方法提要

试料用水溶解,不溶性残渣经过滤、烘干、称量,即为水不溶物。

5.5.2 试剂和溶液

硝酸银溶液:10 g/L。

5.5.3 仪器

5.5.3.1 玻璃坩埚式过滤器:4 号,25 mL 或 30 mL。

5.5.3.2 烘箱:可调节在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.5.4 分析步骤

称取 10 g~20 g 试料,精确至 0.001 g,置于 400 mL 烧杯中,加入 150 mL 水,在不断搅拌下煮沸 5 min,沸水浴保温 30 min。取下烧杯,待残渣下沉后,用已在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒重的玻璃坩埚式过滤器(内放与过滤器滤板直径相同的中速滤纸)抽滤。抽滤前用热水浸润滤器,使滤纸紧贴滤板,残渣用热水洗涤至无氯离子,以硝酸银溶液检验。将带有残渣的坩埚过滤器放入 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中干燥 60 min,取出,放入干燥器冷却至室温,称重。

5.5.5 结果计算

水不溶物含量 w_8 以质量分数(%)表示,按式(9)计算:

$$w_8 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \times \frac{100}{100 - w_2} \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m_1 ——坩埚过滤器、滤纸及残渣质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——坩埚过滤器及滤纸质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

w_2 ——试料中水分的质量分数, %。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.5.6 允许差

当含量小于或等于 0.20% 时,绝对差值应不大于 0.02%;含量大于 0.20% 时,绝对差值应不大于 0.03%。

6 检验规则

6.1 检验类别及检验项目

本标准规定的所有项目为出厂检验项目。

6.2 组批

产品按批检验,同一时间发往同一用户相同质量的产品为一批,最大批量为 600 t。

6.3 采样

6.3.1 袋装产品

按 GB/T 6678—2003 中 7.6.1 的规定确定采样单元(或袋)数。即:不超过 512 袋时,按表 4 确定采样袋数;大于 512 袋时,按式(10)计算结果确定采样袋数,如遇小数,则进为整数。

$$n = 3 \times \sqrt[3]{N} \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

n ——最小采样袋数;

N——每批产品总袋数。

表 4 采样袋数的确定

总袋数	最小取样数	总袋数	最小取样袋数
1~10	全部	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17		

按表 4 或式(10)计算结果随机抽取一定袋数,用采样器沿每袋最长对角线插入至袋的 3/4 处,取出不少于 100 g 样品。其总量应不少于 2 kg。

6.3.2 散装产品

按 GB/T 6679—2003 中 3.2.3.2 的规定确定采样单元(或点)数。从随机选定的每个采样单元(或点)上采样,用采样器插入 0.3 m~0.5 m 的深处,取出不少于 100 g 样品。其总量应不少于 2 kg。

6.4 样品缩分和试样制备

6.4.1 样品缩分

将采取的样品迅速混匀,用缩分器或四分法缩分至 1 kg 左右。等量分装于两个清洁、干燥的磨口瓶或塑料瓶(袋)中,密封并贴上标签,注明生产企业名称、产品名称、产品等级、批号、采样日期及采样者姓名。一瓶(袋)供产品质量检验用,另一瓶(袋)保存两个月,供复验用。

6.4.2 试样制备

由 6.4.1 中取出一瓶(袋)样品,经多次缩分后取出约 100 g 样品,迅速研磨至全部通过 1.0 mm 筛,混匀,置于清洁干燥的瓶(袋)中,密封,做成分的分析。

6.5 结果判定

6.5.1 本标准中产品质量指标合格判定,采用 GB/T 8170 中“修约值比较法”。

6.5.2 出厂检验的项目全部符合本标准要求时,判该批产品合格。

6.5.3 如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装袋中采取样品进行检验,重新检验结果中,即使有一项指标不符合本标准要求,判该批产品不合格。

6.5.4 每批检验合格的出厂产品应附有质量证明书,其内容包括:产品名称、产品批号或生产日期、产品净含量、产品类别、氧化钾和水分等主要指标含量、产品等级、本标准编号、生产企业名称及地址。

7 包装、标识、运输和贮存

7.1 包装

产品应用塑料编织袋内衬聚乙烯薄膜袋或复合塑料编织袋(塑料编织布/膜)包装,按 GB 8569 执行。产品每袋净含量(50±0.5)kg,每批产品平均每袋净含量不低于 50 kg。

7.2 标识

产品包装袋上应标明:产品类别、氧化钾含量和水分含量或者产品等级,其余按 GB 18382 执行。

7.3 运输和贮存

在运输和贮存过程中,应防止受潮和包装袋的破损。