

前 言

本标准非等效采用美国军用规格 MIL-P-156B—1956(1990)《军用规格 硝酸钾》，是对 GB/T 1918—1986《工业硝酸钾》的修订。

本标准与美国军用规格 MIL-P-156B—1956(1990)相比有以下差异：

1 对产品进行了分级，保留了重要的技术指标，取消了硬渣粒、游离酸或游离碱等一些非定量检验项目和国内产品中含量极少的氯酸盐+过氯酸盐、钙+镁、铝等指标项目；

2 增加了产品中硫酸盐含量、吸湿率指标及相应的分析方法；

3 美国军用规格 MIL-P-156B—1956(1990)中的主含量是以含氮量给出的，为使标准更明确反映产品质量，本标准中主含量是以硝酸钾表示；

4 分析方法中美国军用规格 MIL-P-156B—1956(1990)的主含量采用定氮法，本标准采用四苯硼钾沉淀法；

5 美国军用规格 MIL-P-156B—1956(1990)的氯化物、铁含量较高，所采用的分析方法为重量法，而本标准这两项指标含量较低，不宜采用重量法，氯化物采用电位滴定法与容量滴定法并列，铁采用邻菲罗啉分光光度法；

6 美国军用规格 MIL-P-156B—1956(1990)的铵盐含量采用石蕊试纸检测，本标准采用甲醛法。

本标准与原国家标准相比有以下差异：

1 根据国内实际生产情况将标准的要求分三个等级，增设了优等品指标，各项指标均有所提高；

2 氯化物、硫酸盐含量改为以 Cl^- 和 SO_4^{2-} 计，氯化物含量的测定增加了容量滴定法；

3 增设铁含量，扩大标准的适用范围，同时为了适应用户的要求，增加了铵盐的分析方法；

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准自实施之日起，代替 GB/T 1918—1986。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部无机盐产品标准化技术归口单位归口。

本标准起草单位：化工部天津化工研究院、浙江瑞安市联大硝酸钾厂、湖南澧县化工厂、山西文通钾盐集团公司、西宁星火化工有限责任公司、新疆吐鲁番地区化工厂、四川什邡无机化工厂。

本标准主要起草人：陆思伟、余荣华、罗伟、柳海年、史建斌、张忠、李岗。

本标准于 1980 年 12 月首次发布，1986 年 5 月第一次修订。

本标准委托化工部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

中华人民共和国国家标准

GB/T 1918—1998

工业硝酸钾

代替 GB/T 1918—1986

Potassium nitrate for industrial use

1 范围

本标准规定了工业硝酸钾的要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于工业硝酸钾,该产品主要用于黑火药、导火索、光学玻璃、氨触媒、金属热处理等方面,也适用于瓷釉及医药工业用原料等。

分子式:KNO₃

相对分子质量:101.10(按 1995 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB/T 685—1993 化学试剂 甲醛溶液

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法
(neq ISO 6685:1982)

GB/T 3050—1982(89) 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法

GB/T 6678—1986 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(neq ISO 3696:1987)

3 要求

3.1 外观:白色结晶。

3.2 工业硝酸钾应符合表 1 要求。

表 1 要求

%

| 项 目 | 指 标 | | |
|--------------------------|--------|------|------|
| | 优等品 | 一等品 | 合格品 |
| 硝酸钾(KNO ₃)含量 | ≥ 99.7 | 99.4 | 99.0 |
| 水分 | ≤ 0.10 | 0.10 | 0.30 |

国家质量技术监督局 1998-10-20 批准

1999-05-01 实施

表 1(完)

%

| 项 目 | 指 标 | | |
|-----------------------------------|-------|------|------|
| | 优等品 | 一等品 | 合格品 |
| 氯化物(以 Cl 计)含量 ≤ | 0.01 | 0.02 | 0.10 |
| 水不溶物含量 ≤ | 0.01 | 0.02 | 0.05 |
| 硫酸盐(以 SO ₄ 计)含量 ≤ | 0.005 | 0.01 | |
| 吸湿率 ≤ | 0.25 | 0.30 | |
| 铁(Fe)含量 ≤ | 0.003 | — | |
| 注 | | | |
| 1 吸湿率、铁含量用户有要求时按本标准方法测定。 | | | |
| 2 用户可按合同要求规定铵盐含量,并可按本标准规定的方法进行测定。 | | | |

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 GB/T 6682 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 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。

安全提示:本标准试验操作中用到强酸时,须小心谨慎。使用挥发性强酸时,应在通风橱中进行。

4.1 硝酸钾含量的测定

安全提示:此项操作加热时禁止使用明火。

4.1.1 方法提要

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。

4.1.2 试剂和溶液

4.1.2.1 无水乙醇。

4.1.2.2 甲醛,用前过滤。

4.1.2.3 乙酸溶液:1+10。

4.1.2.4 氢氧化钠溶液:4 g/L。

4.1.2.5 四苯硼钠-乙醇溶液:34 g/L。称取 3.4 g 四苯硼钠溶于 100 mL 无水乙醇中,用时现配,用前过滤。

4.1.2.6 四苯硼钾-乙醇饱和溶液:称取 1~2 g 试验后的四苯硼钾,加 50 mL 无水乙醇、950 mL 水,摇匀,用前过滤。

4.1.2.7 甲基红指示液:1 g/L。

4.1.2.8 酚酞指示液:10 g/L。

4.1.3 分析步骤

4.1.3.1 试验溶液的制备

称取约 1~1.2 g 试样,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,稀释至刻度,摇匀。干过滤,弃去前 25 mL 滤液。

4.1.3.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液,置于 150 mL 烧杯中,加 20 mL 水,1 滴甲基红指示液,用乙酸溶液调节溶液恰呈红色;对以铵盐为原料生产的硝酸钾,加 1~2 滴酚酞指示液,2 mL 甲醛,用氢氧化钠溶液调节至溶液呈微红色。用恒温水浴加热溶液至 45℃(继续保持溶液呈微红色),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℃±2℃ 电热干燥

箱中恒重的玻璃砂坩埚(5~15 μm)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 3~4 次洗涤沉淀(每次应抽干),用 2 mL 无水乙醇沿坩埚壁洗涤一次,抽干。于 120℃±2℃ 电热干燥箱中烘至恒重。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硝酸钾(KNO₃)含量(X₁)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 \times 0.2822}{m \times \frac{25}{500}} \times 100 = \frac{564.4m_1}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中: m₁——四苯硼钾沉淀的质量, g;

m——试料的质量, g;

0.2822——四苯硼钾换算为硝酸钾的系数。

4.1.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定的绝对差值不大于 0.3%。

4.2 水分的测定

4.2.1 方法提要

在规定温度下,将一定量的试样干燥至恒重,测定试样减少的质量,确定水分。

4.2.2 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.0002 g,置于预先在 105~110℃ 电热干燥箱中恒重的称量瓶中,于 105~110℃ 电热干燥箱中干燥至恒重。

4.2.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分(X₂)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中: m₁——试料干燥后的质量, g;

m——试料的质量, g。

4.2.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定的绝对差值不大于 0.01%。

4.3 氯化物含量的测定

4.3.1 硫氰酸钾滴定法

4.3.1.1 方法提要

在微酸性介质中,试验溶液中加入过量的硝酸银标准溶液生成难溶的氯化银,以硫酸铁铵为指示液,用硫氰酸钾标准滴定溶液滴定过量硝酸银标准溶液。

4.3.1.2 试剂和溶液

4.3.1.2.1 硝酸溶液:1+2。

4.3.1.2.2 硝酸银标准滴定溶液:c(AgNO₃)约为 0.1 mol/L。

4.3.1.2.3 硫氰酸钾标准滴定溶液:c(KCNS)约为 0.1 mol/L。

4.3.1.2.4 硫酸铁铵指示液:80 g/L。

4.3.1.3 分析步骤

4.3.1.3.1 试验溶液的制备

取约 25 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 锥形瓶中,加 80 mL 水溶解,加 5 mL 硝酸溶液,摇匀。

4.3.1.3.2 测定

在试验溶液中用移液管移入 20 mL 硝酸银标准滴定溶液,加 1 mL 硫酸铁铵指示液,用硫氰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈浅棕红色,保持 30 s 不褪色即为终点。

4.3.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化物(以 Cl 计)(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{(Vc - V_1c_1) \times 0.03545}{m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中: V ——试液中加入的硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——滴定试液消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

c_1 ——硫氰酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.03545——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氯的质量。

4.3.1.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定的绝对差值不大于 0.005%。

4.3.2 电位滴定法

4.3.2.1 方法提要

按 GB/T 3050—1982 的第 2 章。

4.3.2.2 试剂和溶液

按 GB/T 3050—1982 的第 4 章。

4.3.2.3 仪器、设备

按 GB/T 3050—1982 的第 3 章。

4.3.2.4 分析步骤

4.3.2.4.1 试验溶液的制备

称取约 20 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于 100 mL 烧杯中, 加 50 mL 水溶解, 移入 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.3.2.4.2 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液, 置于 50 mL 烧杯中, 另取一 50 mL 烧杯加 10 mL 水作空白, 加 1 滴溴酚蓝指示液, 用硝酸溶液调节试验溶液恰呈黄色, 加 30 mL 乙醇。以下操作按 GB/T 3050—1982 的 4.7.3 的规定, 使用 0.005 mol/L 的硝酸银标准滴定溶液, 从“放入电磁搅拌子……”开始进行操作。

4.3.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化物(以 Cl 计)(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{(V - V_1)c \times 0.03545}{m \times \frac{10}{250}} \times 100 = \frac{88.63(V - V_1)c}{m} \dots\dots\dots(4)$$

式中: V ——滴定试验溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

V_1 ——滴定空白溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硝酸银标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.03545——与 1.00 mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的氯的质量。

4.3.2.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定的绝对差值不大于 0.005%。

4.4 水不溶物含量的测定

4.4.1 方法提要

称取一定量的试样溶于水, 过滤后, 残渣在一定温度条件下烘干至恒重, 称量后, 确定水不溶物含

量。

4.4.2 试剂和溶液

二苯胺-硫酸指示液:10 g/L。

4.4.3 仪器和设备

玻璃砂坩埚:砂板孔径为5~15 μm。

4.4.4 分析步骤

称取约25 g试样,精确至0.01 g,置于250 mL烧杯中,加100 mL水加热溶解并煮沸,用已预先在105~110℃条件下恒重的玻璃砂坩埚过滤,用水洗涤至滤液无硝酸根离子(用二苯胺-硫酸指示液检验不显蓝色),将玻璃砂坩埚连同不溶物置于电热干燥箱中,在105~110℃条件下烘至恒重。

4.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物(X_5)按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: m_1 ——水不溶物的质量,g;

m ——试料的质量,g。

4.4.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定的绝对差值不大于0.003%。

4.5 硫酸盐含量的测定

4.5.1 方法提要

在酸性介质中,硫酸根离子与钡离子生成难溶的硫酸钡,当硫酸根离子含量较低时,在一定时间内硫酸钡呈悬浮体,使溶液混浊,可用于硫酸盐的目视比浊法测定。

4.5.2 试剂和溶液

4.5.2.1 盐酸溶液:1+4。

4.5.2.2 氯化钡溶液:100 g/L。

4.5.2.3 硫酸盐标准溶液:1 mL溶液含0.1 mg SO_4 。

4.5.3 分析步骤

4.5.3.1 试验溶液的制备

称取约10 g试样,精确至0.01 g,置于100 mL烧杯中,加50 mL水溶解,用定量过滤于100 mL容量瓶中,充分洗涤滤纸,用水稀释至刻度,摇匀。

4.5.3.2 测定

用移液管移取10 mL试验溶液,置于50 mL比色管中,加水至约40 mL,加1 mL盐酸溶液,1 mL氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置5 min,所呈浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的配制:用移液管移取0.5 mL(优等品)、1 mL(一等品)硫酸盐标准溶液,与试验溶液同时同样处理。

4.6 吸湿率的测定

4.6.1 方法提要

将测定水分后的试样置于盛有饱和硝酸钾溶液的干燥器中,在一定温度下放置6 h后,称重。

4.6.2 仪器和设备

干燥器:直径φ140 mm,底层盛有100 mL饱和硝酸钾溶液。

4.6.3 分析步骤

将4.2中干燥至恒重后的试样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℃±2℃的温度下放置6 h,取出称量瓶及瓶盖,用滤纸擦去表面水分,称量。

4.6.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的吸湿率(X_6)按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{m_1 - m}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中: m_1 ——试料吸收水分后的质量, g;

m ——4.2 中干燥至恒重的试料的质量, g。

4.6.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定的绝对差值不大于 0.05%。

4.7 铁含量的测定

4.7.1 方法提要

按 GB/T 3049—1986 的第 2 章。

4.7.2 试剂和溶液

按 GB/T 3049—1986 的第 3 章。

4.7.3 仪器、设备

按 GB/T 3049—1986 的第 4 章。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 的 5.3.1 的规定, 使用 3 cm 的吸收池绘制工作曲线。

4.7.4.2 测定

称取约 2 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于 100 mL 烧杯中。加入 20 mL 水溶解, 用盐酸(1+3)调节 pH 约为 2(用精密 pH 试纸检验)。将溶液全部转移至 100 mL 容量瓶中, 加水至约 60 mL。以下按 GB/T 3049—1986 的 4.7.1 的规定, 从“加 2.5 mL 抗坏血酸……”开始进行操作。同时做空白试验。

4.7.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_7)按式(7)计算:

$$X_7 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得试验溶液中铁的质量, mg;

m_0 ——从工作曲线上查得空白试验溶液中铁的质量, mg;

m ——试料的质量, g。

4.7.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定的绝对差值不大于 0.0005%。

4.8 铵盐含量的测定

4.8.1 方法提要

在中性介质中, 铵盐与甲醛反应, 生成六次甲基四胺和相当于铵盐含量的酸, 以酚酞为指示剂, 用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

4.8.2 试剂和溶液

4.8.2.1 甲醛溶液: 1+4, 使用前应以酚酞为指示液, 用 0.1 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液滴定至浅粉色;

4.8.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约为 0.1 mol/L;

4.8.2.3 酚酞指示液: 10 g/L。

4.8.3 分析步骤

称取约 10 g 试样, 精确至 0.01 g, 置于 250 mL 容量瓶中, 用 50 mL 水溶解, 加 50 mL 甲醛溶液, 3 滴酚酞指示液, 摇匀, 放置 5 min。用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈浅粉色, 保持 30 s 不褪色, 即为终点。同时做空白试验。

4.8.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的铵盐(以 NH_4 计)含量(X_8)按式(8)计算:

$$X_8 = \frac{(V - V_0)c \times 0.0180}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中: c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定试液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

0.0180——与 1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的铵盐(以 NH_4 计)的质量。

4.8.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定的绝对差值不大于 0.005%。

5 检验规则

5.1 本标准规定的项目(除吸湿率和铁含量外)为出厂检验项目, 吸湿率和铁含量在用户有要求时, 按本标准检验, 如用户对铵盐含量有要求时可按本标准进行检验。

5.2 每批产品不超过 60 t。

5.3 按照 GB/T 6678—1986 的 6.6 的规定确定采样单元数。采样时, 采样器自包装袋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用四分法缩分至约 500 g, 分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中, 密封。瓶上粘贴签, 注明: 生产厂名、产品名称、型号、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作实验室样品, 另一瓶保存三个月备查。

5.4 工业硝酸钾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。检验结果如有一项指标不符合本标准要求时, 应自两倍量的包装中采样重新进行复验, 复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时, 则整批产品为不合格。

5.5 采用 GB/T 1250—1989 的 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业硝酸钾包装袋上应有牢固清晰的标志, 内容包括: 生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 190 标志 11“氧化剂”、GB 191 标志 4“怕热”标志。

6.2 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、商标、等级、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。

6.3 工业硝酸钾包装为双层包装: 内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋, 厚度: 0.04~0.08 mm; 外包装采用塑料编织袋。该产品每袋净含量 50 kg。

6.4 工业硝酸钾包装, 内袋用维尼龙绳或其质量相当的绳人工扎口; 或用与其相当的其他方式封口; 外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边, 在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。缝线整齐, 针距均匀。无漏缝和跳线现象。

6.5 工业硝酸钾在运输过程中应轻装轻卸, 防止撞击, 防止日晒、雨淋, 不得与有机物、还原剂及易燃品等物质混运。

6.6 工业硝酸钾应贮存在阴凉、通风的干燥处, 库房温度应低于 40℃, 防止雨淋, 受潮, 不得与有机物、还原剂及其他易燃品等物质混贮。

附 录 A
(标准的附录)
甲醛溶液的制备

甲醛溶液可用甲醛试剂进行制备,也可用多聚甲醛解聚后进行制备。

A1 用甲醛试剂制备

将甲醛试剂置于蒸馏瓶中,缓慢加热至 96℃左右,蒸馏至溶液中甲醇含量约 1%(蒸馏至原体积的二分之一),停止加热。按 GB/T 685—1993 规定的方法分别测定母液中甲醛含量及甲醇含量,然后用水将母液配制成甲醇含量小于 1%的规定浓度的甲醛溶液。

A2 用多聚甲醛制备

称取 280 g 多聚甲醛,置于 1 000 mL 烧杯中,加 700 mL 水、35 mL 氨水,加热溶解,趁热过滤,或静置 2 天后,取上层清液,按 GB/T 685—1993 规定的方法测定甲醛含量,配制成规定浓度的甲醛溶液。
