

GB 6549—1996

前 言

本标准工农业用氯化钾 I 类和 I、II 类的优等品非等效采用 ГOCT 4568—83(90), 试验方法中氧化钾的测定等效采用 ISO 2051:1976, 水分的测定非等效采用 ISO 2053:1976, 氯化钠的测定非等效采用 NF T20—355:78, 水不溶物的测定非等效采用 NF T20—353:78。

本标准与国外标准的差异如下:

本标准增加特种工业用氯化钾; 工业用氯化钾增加钙、镁含量指标, 其中优等品还增加氯化钠和水不溶物含量指标; 农业用氯化钾未定粒度指标; 工农业用氯化钾中水分指标偏高。

本标准是对 GB 6549—86《氯化钾及其试验方法》修订后提出的。前版是由氯化钾及试验方法等八个分项标准组成, 编号为 GB 6549 和 GB 6549.1~6549.7, 本次修订合并在一起构成本标准。

本标准根据 ГOCT 4568—83(90) 和主要产钾国的技术发展, 结合我国资源特点、生产工艺和使用需要, 对前版作了修订, 与前版差异如下:

氯化钾产品中的主含量改为氧化钾表示;

氯化钾产品分为三类, 即特种工业用氯化钾、工业用氯化钾和农业用氯化钾;

农业用氯化钾主要用于配制复混肥等, 合格品氧化钾含量修改为大于或等于 54%;

删去了硫酸根指标及试验方法, 同时也删去了氯含量的测定方法。

本标准自生效之日起, 代替 GB 6549 和 GB 6549.1~6549.7—86。

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化工矿山设计研究院归口。

本标准负责起草单位: 化工部化工矿山设计研究院、青海钾肥厂、青海格尔木钾镁厂。

本标准主要起草人: 李东好、许秀兰、谢圣佳、李和印、梁天曙、李延昌。

本标准于 1986 年 6 月 30 日首次发布。

中华人民共和国国家标准

氯化钾

Potassium chloride

GB 6549—1996

代替 GB 6549—86
GB 6549.1~6549.7—86

1 范围

本标准规定了工、农业用氯化钾的要求、采样、试验方法、检验规则、标志、标签、包装。
本标准适用于由光卤石和钾石盐加工制取的工、农业用氯化钾产品。

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为本标准的条文。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/T 601—88 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 1250—89 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—86 化工产品采样总则

GB/T 6682—92 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 9723—88 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则(neq ISO 6353-1:82 GM29)

3 产品分类

氯化钾产品分为三种类别:

I类为特种工业用氯化钾,适用于电解法制取氢氧化钾、氯酸钾等。

II类为工业用氯化钾,适用于化工行业中各种钾盐的生产。

III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:白色或微红色结晶体。

4.2 工、农业用氯化钾技术指标应符合表1要求。

表1 技术要求

%

项 目	指 标							
	I 类	I 类			II 类			
		优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	
氯化钾(K ₂ O)含量	≥	62	60	59	57	60	57	54
水分(H ₂ O)	≤	2	2	4	6	6	6	6

表 1(完)

%

项 目	指 标						
	I 类	I 类			II 类		
		优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
钙镁(Ca+Mg)含量 ≤	0.2	0.4	—	—	—	—	—
钙(Ca)含量 ≤	—	—	0.5	0.8	—	—	—
镁(Mg)含量 ≤	—	—	0.4	0.6	—	—	—
氯化钠(NaCl)含量 ≤	1.2	2.0	—	—	—	—	—
水不溶物含量 ≤	0.1	0.3	—	—	—	—	—

注：除水分外，各组分含量均以干基计算

5 采样

- 5.1 同一时间发往同一用户相同质量的产品为一批。
- 5.2 按 GB/T 6678—86 中 6.6 规定确定采样单元数。
- 5.3 采样器由袋口的一角斜插至袋深的 $\frac{3}{4}$ 处采样，将采出的样品混匀，其总量不应少于 2 kg。用四分法缩分至 1 kg 左右。等量分装于两个清洁、干燥的磨口瓶或塑料瓶中，密封并注明：生产厂名称、产品名称、产品类别或用途、产品等级、批号、采样日期及采样者姓名。一瓶供检验用；另一瓶保存二个月，供复验用。

6 试验方法

本标准所用水应符合 GB/T 6682—92 中三级水的规格，所列试剂，除特殊规定外，均指分析纯试剂。

试验中所需标准溶液，按 GB/T 601—88 规定制备。

6.1 氧化钾含量的测定

本方法等效采用 ISO 2051:1976《工业用氯化钾——钾含量的测定——四苯硼钾重量法》。

6.1.1 方法提要

试样经水溶解后，加入甲醛溶液，使存在的铵离子转变成六次甲基四胺；加入乙二胺四乙酸二钠(EDTA)消除干扰分析结果的其他阳离子。在弱碱性介质中，用四苯硼钠沉淀钾，干燥沉淀并称量。

6.1.2 试剂和溶液

6.1.2.1 氢氧化钠溶液：200 g/L。

6.1.2.2 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶液：40 g/L。

6.1.2.3 四苯硼钠[NaB(C₆H₅)₄]碱性溶液：溶解 32.5 g 四苯硼钠于 480 mL 水中，加 2 mL 氢氧化钠溶液(400 g/L)和 20 mL 氯化镁溶液(100 g/L)，搅拌 15 min，用中速滤纸过滤，该试剂可使用一周左右。如有混浊，使用前应过滤。

6.1.2.4 甲醛溶液[36%(v/v)]，使用前过滤。

6.1.2.5 洗涤液：室温下饱和的四苯硼钾溶液。在含有约 0.1 g 氯化钾的 100 mL 溶液中，加入过量的四苯硼钠溶液进行沉淀，生成的四苯硼钾沉淀用 4 号玻璃坩埚式过滤器抽滤，并用蒸馏水洗涤至无氯离子。然后将沉淀转移到 5 L 蒸馏水中，呈悬浮状态，摇动 1 h，使用时过滤出所需要的量。

6.1.2.6 酚酞指示液：溶解 0.5g 酚酞 100 mL 95% 的乙醇中。

6.1.3 仪器

玻璃坩埚式过滤器:4号过滤器,滤板孔径7~16 μm。

6.1.4 分析步骤

6.1.4.1 试验溶液的制备

称取约5g试样¹⁾,精确至0.001g,置于400mL烧杯中,加入150mL水,在不断搅拌下加热,微沸5min,取下冷却至20℃,移入500mL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25.0mL滤液于250mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此为溶液B。

6.1.4.2 测定

移取50.0mL溶液B于250mL烧杯中,加入10mL EDTA溶液(6.1.2.2)及2~3滴酚酞指示液(6.1.2.6),在搅拌下逐滴加入氢氧化钠溶液(6.1.2.1)至红色出现。加5mL甲醛溶液(6.1.2.4)²⁾。此时如红色消失,应再补加氢氧化钠溶液(6.1.2.1)至红色。盖上表面皿,在沸水浴上加热15min(此时溶液应保持红色)。

取下烧杯,稍冷,在搅拌下逐滴加入10mL四苯硼钠溶液(6.1.2.3),继续搅拌1min。在流水中迅速冷却到20℃以下,放置10min。用预先在120±2℃干燥至恒量的玻璃坩埚式过滤器抽滤。先抽滤上层清液,再用洗涤液(6.1.2.5)转移沉淀至过滤器中,继续用洗涤液(6.1.2.5)洗涤沉淀12次左右,每次洗涤液用量约5mL。

过滤器和沉淀于120±2℃烘箱内干燥90min,取出过滤器,放入干燥器冷却至室温,称量,精确至0.0001g。

6.1.5 分析结果的表述

6.1.5.1 以质量百分数表示的氧化钾(K₂O)含量(X₁)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{0.1314 \times m_1}{m \times \frac{25}{500} \times \frac{50}{250}} \times 100 \times \frac{100}{100 - x} \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——干燥后的四苯硼钾质量,g;

m ——试样的质量,g;

x ——试样中水分的质量百分数,%;

0.1314——四苯硼钾质量换算为氧化钾质量的系数。

6.1.5.2 以质量百分数表示的氯化钾(KCl)含量(X₂)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{0.2081 \times m_1}{m \times \frac{25}{500} \times \frac{50}{250}} \times 100 \times \frac{100}{100 - x} \dots\dots\dots(2)$$

式中: m, m_1, x ——同6.1.5.1;

0.2081——四苯硼钾质量换算为氯化钾质量的系数。

6.1.6 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果,平行分析结果的绝对差值氧化钾应不大于0.38%。

6.2 水分的测定

本方法非等效采用ISO 2053:1976《工业用氯化钾——水分含量的测定——重量法》。

6.2.1 方法提要

采用说明:

1) ISO 2051称取10g试样。

2) ISO 2051加入10mL 30%(m/m)甲醛溶液。

试样于 105±2℃ 的烘箱中干燥,失去的质量即为水分。

6.2.2 仪器

6.2.2.1 称量瓶:带磨口玻璃塞,扁型,直径约 60 mm,高 30 mm。

6.2.2.2 电烘箱:可调节在 105±2℃。

6.2.2.3 干燥器:装入适当的干燥剂,如变色硅胶、五氧化二磷等。

6.2.3 分析步骤

按表 2 称取试样,精确至 0.001 g,置于预先在 105±2℃ 干燥至恒量的称量瓶中。轻轻摇动称量瓶,使试样均匀地平铺在称量瓶中,打开称量瓶盖,放入 105±2℃ 的烘箱内干燥 2 h。取出称量瓶,盖上瓶盖,放入干燥器中冷却至室温,称量。重复操作,直至恒量(两次称量之差不大于 0.003 g)。

表 2 称样量

水分, %	称取试样量, g
≤4.00	10
>4.00	5

6.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分(H₂O)(*x*)按式(3)计算:

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

式中: *m*₁——干燥前称量瓶及试样的质量, g;

*m*₂——干燥后称量瓶及试样的质量, g;

m——试样的质量, g。

6.2.5 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。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%。

6.3 钙和镁含量的测定

6.3.1 火焰原子吸收光谱法——仲裁法

6.3.1.1 方法提要

试样经水溶解,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。

6.3.1.2 试剂和溶液

6.3.1.2.1 盐酸[ρ:1.19 g/cm³]溶液:1+1。

6.3.1.2.2 氯化钾溶液:10 mg/mL,称取 10 g 氯化钾于 250 mL 烧杯中,用水溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.3.1.2.3 氯化镧溶液:100 g/L。

6.3.1.2.4 钙标准溶液:1.00 mg/mL,称取 2.497 2 g 预先在 105~110℃ 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 300 mL 烧杯中,用少量水润湿,加 20 mL 水,逐滴加入盐酸溶液(6.3.1.2.1)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 1 mL 含 1.00 mg 钙。

6.3.1.2.5 钙标准溶液:100 μg/mL,移取 100.0 mL 钙标准溶液(6.3.1.2.4),置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钙。

6.3.1.2.6 镁标准溶液:1.00 mg/mL,称取 1.658 3 g 预先在 900℃ 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,用少量水润湿,加 20 mL 水、10 mL 盐酸溶液

(6.3.1.2.1),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1 mL含1.00 mg 镁。

6.3.1.2.7 镁标准溶液:50 $\mu\text{g}/\text{mL}$,移取50.0 mL 镁标准溶液(6.3.1.2.6),置于1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液1 mL含50 μg 镁。

6.3.1.3 仪器

火焰原子吸收光谱仪:应符合GB/T 9723—88的规定。

6.3.1.4 分析步骤

6.3.1.4.1 试验溶液的制备

按表3称取试样,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250 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀后干过滤。同时制备空白试验溶液。

6.3.1.4.2 钙含量的测定

按表3移取试验溶液(6.3.1.4.1)置于100 mL容量瓶中,加入10 mL氯化镧溶液(6.3.1.2.3)及4 mL盐酸溶液(6.3.1.2.1),用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收光谱仪上,用空气-乙炔火焰,在波长422.7 nm处,以水调零,测量试验溶液和空白试验溶液的吸光度。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钙的浓度。

6.3.1.4.3 镁含量的测定

按表3移取试验溶液(6.3.1.4.1)置于100 mL容量瓶中,加入10 mL氯化镧溶液(6.3.1.2.3)及4 mL盐酸溶液(6.3.1.2.1),用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收光谱仪上,用空气-乙炔火焰,在波长285.2 nm处,以水调零,测量试验溶液和空白试验溶液的吸光度,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镁的浓度。

表3 称样量与吸取试验溶液的体积

钙或镁含量 %	称 样 量 g	吸取体积,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

6.3.1.4.4 工作曲线的绘制

移取0.0、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0 mL 钙标准溶液(6.3.1.2.5),分别置于一组100 mL容量瓶中。再移取0.0、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0 mL 镁标准溶液(6.3.1.2.7),从小到大对应注入上述100 mL容量瓶中,加入10 mL氯化钾溶液(6.3.1.2.2)、10 mL氯化镧溶液(6.3.1.2.3)及4 mL盐酸溶液(6.3.1.2.1),用水稀释至刻度,摇匀。此标准系列钙浓度为0.0、1.0、2.0、4.0、6.0、8.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$,镁浓度为0.0、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。在与试验溶液相同条件下测量吸光度并减去试剂空白溶液吸光度后,以钙或镁浓度为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.3.1.5 分析结果的表述

6.3.1.5.1 以质量百分数表示的钙(Ca)含量(X_3)按式(4)计算:

$$X_3 = \frac{p \times 100 \times 10^{-6}}{m \times V/250} \times 100 \times \frac{100}{100-x} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: p ——从工作曲线上查得的被测试验溶液中钙的浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

m ——试样的质量, g;

V ——吸取试验溶液的体积, mL;

x ——试样中水分的质量百分数，%。

6.3.1.5.2 以质量百分数表示的镁(Mg)含量(X_4)按式(5)计算：

$$X_4 = \frac{\rho \times 100 \times 10^{-6}}{m \times V/250} \times 100 \times \frac{100}{100 - x} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中： ρ ——从工作曲线上查得的被测试验溶液中镁的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

m ——试样的质量，g；

V ——吸取试验溶液的体积，mL；

x ——试样中水分的质量百分数，%。

6.3.1.6 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于表4所列允许差。

表4 允许差 %

钙(Ca)或镁(Mg)含量	允许差
<0.20	0.02
0.20~1.00	0.04

6.3.2 EDTA 滴定法

6.3.2.1 方法提要

试样经水溶解后，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 指示液，用 EDTA 标准滴定溶液滴定钙、镁总量，以差减法求得镁的含量。

6.3.2.2 试剂和溶液

6.3.2.2.1 氨水 [$\rho: 0.89 \text{ g/cm}^3$] 溶液：1+1。

6.3.2.2.2 氢氧化钠溶液：100 g/L。

6.3.2.2.3 过氧化氢溶液：3% (v/v)。

6.3.2.2.4 三乙醇胺溶液：1+2。

6.3.2.2.5 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。

6.3.2.2.6 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 GB/T 601 执行。

6.3.2.2.7 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]：称取 0.2 g 钙羧酸指示剂和 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。

6.3.2.2.8 铬黑 T 指示液：称取 0.5 g 铬黑 T，溶于 100 mL 三乙醇胺溶液 (6.3.2.2.4) 中。

6.3.2.3 分析步骤

6.3.2.3.1 试验溶液的制备

按表 5 称取试样，精确至 0.001 g，置于 400 mL 烧杯中，加入 150 mL 热水，在搅拌下加 4~5 滴过氧化氢溶液 (6.3.2.2.3)，加热微沸至无小气泡 (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，摇匀后干过滤。

6.3.2.3.2 钙含量的测定

按表 5 移取试验溶液 (6.3.2.3.1) 于 250 mL 烧杯中，用水稀释至约 100 mL，加入 5 mL 三乙醇胺溶液 (6.3.2.2.4)，以氢氧化钠溶液 (6.3.2.2.2) 调至 $\text{pH} 12$ 以上，加钙羧酸指示剂 (6.3.2.2.7) 少许，搅匀，用 EDTA 标准滴定溶液 (6.3.2.2.6) 滴定至溶液由酒红色变纯蓝色为终点。

6.3.2.3.3 镁含量的测定

按表 5 移取试验溶液(6.3.2.3.1)于 250 mL 烧杯中,用水稀释至约 100 mL,加入 5 mL 三乙醇胺溶液(6.3.2.2.4),加 5 mL 氨水-氯化铵缓冲溶液(6.3.2.2.5)及二滴铬黑 T 指示液(6.3.2.2.8),搅匀。用 EDTA 标准滴定溶液(6.3.2.2.6)滴定至溶液由酒红色变纯蓝色为终点。

6.3.2.3.4 空白试验

钙和镁含量的测定均需与试样测定同时做空白试验。

表 5 称样量与吸取试验溶液的体积

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

6.3.2.4 分析结果的表述

6.3.2.4.1 以质量百分数表示的钙(Ca)含量(X_3)按式(6)计算:

$$X_3 = \frac{c \times (V_2 - V_1) \times 0.04008}{m \times V/200} \times 100 \times \frac{100}{100 - x} \dots\dots\dots(6)$$

式中: c ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_2 ——EDTA 标准滴定溶液滴定钙的体积, mL;

V_1 ——EDTA 标准滴定溶液滴定钙的空白试验溶液体积, mL;

V ——吸取试验溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

x ——试样中水分的质量百分数, %;

0.04008——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液($c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$)相当的以克表示的钙质量。

6.3.2.4.2 以质量百分数表示的镁(Mg)含量(X_4)按式(7)计算:

$$X_4 = \frac{c[(V_4 - V_3) - (V_2 - V_1)] \times 0.02430}{m \times V/200} \times 100 \times \frac{100}{100 - x} \dots\dots\dots(7)$$

式中: c ——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V_4 ——EDTA 标准滴定溶液滴定钙、镁含量的体积, mL;

V_3 ——EDTA 标准滴定溶液滴定钙、镁的空白试验溶液的体积, mL;

V_2 ——EDTA 标准滴定溶液滴定钙的体积, mL;

V_1 ——EDTA 标准滴定溶液滴定钙的空白试验溶液体积, mL;

V ——吸取试验溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

x ——试样中水分的质量百分数, %;

0.02430——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液($c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$)相当的以克表示的镁质量。

6.3.2.5 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于表 6 所列允许差。

表 6 允许差

%

钙(Ca)或镁(Mg)含量	允许差
<0.20	0.02
0.20~1.00	0.04

6.4 氯化钠含量的测定

本方法非等效采用 NF T20-355:78《工业用氯化钾——钠含量的测定——火焰发射分光光度法》。

6.4.1 方法提要

试样经水溶解后,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。

6.4.2 试剂和溶液

6.4.2.1 氯化钾溶液:约 90 mg/mL,称取 90 g 氯化钾,溶解于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.4.2.2 钠标准溶液:1.0 mg/mL,称取预先在 400℃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 1 mL 含 1 mg 钠。

6.4.3 仪器

一般实验室仪器以及火焰光度计。

6.4.4 分析步骤

6.4.4.1 试验溶液的制备

称取 1 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于 250 mL 烧杯中,加 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。

6.4.4.2 光度测量

6.4.4.2.1 初步测量

干过滤试验溶液(6.4.4.1),弃去最初少量滤液。移取 50 mL 滤液于 50 mL 烧杯中,按火焰光度计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。

6.4.4.2.2 工作曲线的绘制(供初步测量用)

移取 0.0、5.0、10.0、15.0、20.0、25.0 mL 钠标准溶液(6.4.2.2),分别注入 6 个 500 mL 容量瓶中,各加入 10.0 mL 氯化钾溶液(6.4.2.1),用水稀释至刻度,摇匀。此系列分别含 0.0、5.0、10.0、15.0、20.0、25.0 mg 钠。移取 50 mL 溶液于 50 mL 烧杯中,按火焰光度计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。

6.4.4.2.3 精确测量——插入法

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

分析结果应采用插入法计算钠的含量。

6.4.5 分析结果的表述

6.4.5.1 钠的质量 m_0 (mg)按式(8)计算:

$$m_0 = m_1 + (m_2 - m_1) \frac{E_0 - E_1}{E_2 - E_1} \dots\dots\dots (8)$$

式中: m_1 ——低浓度标准溶液中钠的含量,mg;

m_2 ——高浓度标准溶液中钠的含量,mg;

E_1 ——低浓度标准溶液的测量值;

E_2 ——高浓度标准溶液的测量值；

E_0 ——试验溶液的测量值。

6.4.5.2 以质量百分数表示的氯化钠(NaCl)含量(X_5)按式(9)计算：

$$X_5 = \frac{m_0 \times 2.5421 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \times \frac{100}{100 - x} \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中： m_0 ——同 6.4.5.1；

x ——试样中水分的质量百分数，%；

m ——试样的质量，g；

2.5421——钠的质量换算为氯化钠质量的系数。

6.4.6 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。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%。

6.5 水不溶物含量的测定

本方法非等效采用 NF T 20-353:78《工业用氯化钾——水不溶物的测定》。

6.5.1 方法提要

试样经水溶解后，不溶性残渣经过滤、烘干、称量，即为水不溶物。

6.5.2 试剂和溶液

6.5.2.1 硝酸银溶液：10 g/L。

6.5.3 仪器

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

6.5.3.2 干燥器：装入适当的干燥器，如变色硅胶、五氧化二磷等。

6.5.3.3 玻璃坩埚式过滤器：4 号或 3 号过滤器。

6.5.4 分析步骤

称取 10~20 g 试样，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 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥至恒量的玻璃坩埚式过滤器（内放与过滤器滤板直径大小相同的中速滤纸）抽滤。抽滤前用热水浸润滤器，使滤纸贴紧滤板，残渣用热水洗涤至无氯离子，以硝酸银溶液（6.5.2.1）检验。

将带有残渣的坩埚过滤器放入 $105 \pm 2^\circ\text{C}$ 的烘箱内，第一次干燥 1 h，第二次 30 min，直至两次称量之差不大于 0.000 3 g。

6.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物(X_6)按式(10)计算：

$$X_6 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \times \frac{100}{100 - x} \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中： m_1 ——坩埚过滤器、滤纸及残渣质量，g；

m_2 ——坩埚过滤器及滤纸质量，g；

m ——试样的质量，g；

x ——试样中水分的质量百分数，%。

6.5.6 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。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%。

7 检验规则

7.1 每批产品均应由生产厂的质检部门按本标准进行检验。生产厂应保证出厂的产品符合本标准的要

GB 6549—1996

求,并附有质量证明书,其内容包括:产品名称、产品类别或用途、等级和技术要求、净重、本标准号、生产厂名称及厂址。

7.2 使用单位有权按本标准对所收到的产品进行质量检验。重量检验抽检的袋数,按 GB/T 6678 确定的采样单元数执行。如不合格,应重新自两倍量的包装袋中采取样品,重新检验。如有异议,应在到货 15 d 内提出,协商解决。如需仲裁,应按《中华人民共和国产品质量法》中有关产品质量仲裁的规定执行。

7.3 本标准采用 GB/T 1250 中规定的“修约值比较法”判定检验结果是否符合本标准要求。

8 标志、标签、包装

8.1 氯化钾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。每袋净重 50 ± 0.5 kg,平均每袋净重不低于 50 kg。

8.2 包装袋上应印有标志:产品名称、商标、产品类别或用途、等级或技术要求、净重、本标准号、生产厂名称及厂址。

8.3 在贮存和运输过程中,应防止受潮和包装袋的破损。
