

ICS 71.060.50
CCS G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

化学强化玻璃用硝酸钾

Potassium nitrate for chemical strengthening glass use

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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。

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/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

化学强化玻璃用硝酸钾

警告——按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

本文件规定了化学强化玻璃用硝酸钾的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。

本文件适用于化学强化玻璃用硝酸钾。

注：该产品主要用作手机、电脑、车载及各种工业仪表触摸屏光学玻璃的化学强化剂。

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 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲啰啉分光光度法

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

GB12268—2012 危险货物物品名表

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

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、制剂及制品的制备 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、制剂及制品的制备 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、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

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： KNO_3 。

相对分子质量：101.10（按2018年国际相对原子质量）。

5 要求

5.1 外观：化学强化玻璃用硝酸钾为白色结晶或球型颗粒。

5.2 化学强化玻璃用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
硝酸钾（ KNO_3 ）（以干基计） $w/\%$		≥ 99.9
水分 $w/\%$		≤ 0.10
水不溶物 $w/\%$		≤ 0.005
氯化物（以 Cl 计） $w/\%$		≤ 0.005
硫酸盐（以 SO_4 计） $w/\%$		≤ 0.005
碳酸盐（以 CO_3 计） $w/\%$		≤ 0.01
铵盐（以 NH_4 计） $w\%$		≤ 0.02
亚硝酸盐（以 NO_2 计） $w/\%$		≤ 0.005
游离酸（以 HNO_3 计）或碱（以 KOH 计） $w/\%$		≤ 0.005
吸湿率 $w/\%$		≤ 0.20
金属 离子	铁（Fe） $w/\%$	≤ 0.003
	钠（Na） $w/\%$	≤ 0.005
	钙（Ca） $w/\%$	≤ 0.003
	镁（Mg） $w/\%$	≤ 0.003
	钡（Ba） $w/\%$	≤ 0.001
	锶（Sr） $w/\%$	≤ 0.001

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。

6.2 外观检验

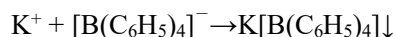
在自然光下用目视法进行判定。

6.3 硝酸钾含量的测定

6.3.1 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：



6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 无水乙醇。

6.3.2.2 甲醛溶液：用前过滤。

6.3.2.3 乙酸溶液：1+100。

6.3.2.4 氢氧化钠溶液：4 g/L。

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

6.3.2.6 四苯硼钾乙醇饱和溶液。称取 1~2g 本实验后的四苯硼钾沉淀，加 50ml 无水乙醇、950ml 水，摇匀，使用前过滤。

6.3.2.7 甲基橙指示液：0.4 g/L。

6.3.2.8 酚酞指示液：10 g/L。

6.3.3 仪器设备

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

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

6.3.4 试验步骤

6.3.4.1 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，稀释至刻度，摇匀。使用前干过滤，弃去前 50 mL 滤液。

6.3.4.2 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 滴酚酞指示剂，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 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.3.4.3 试验数据处理

硝酸钾含量以硝酸钾 (KNO_3) 的质量分数 w_1 计, 按公式 (1) 计算:

$$w_1 = \frac{0.2822(m_2 - m_1)}{m(V_1/V)(1 - w_4)} \times 100\% - 3.37w_6 \dots\dots\dots (1)$$

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 ——样品的的质量的数值, 单位为克 (g);

V_1 ——移取试验溶液 (见6.3.4.2) 的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V ——试验溶液 (见6.3.4.1) 的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

w_4 ——6.4中测得的水分;

3.37 ——碳酸盐换算为硝酸钾的系数;

w_6 ——6.8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 %。

6.4 水分的测定

6.4.1 仪器设备

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

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

6.4.2 试验步骤

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

6.4.3 试验数据处理

水分 w_2 , 按公式 (2) 计算:

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

m_1 ——干燥至质量恒定后试样的的质量的数值, 单位为克 (g);

m ——样品的的质量的数值, 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 %。

6.5 水不溶物含量的测定

6.5.1 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。

6.5.2 仪器设备

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

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

6.5.3 试验步骤

称取约40 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，使试样完全溶解。用预先于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

6.5.4 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0.001 %。

6.6 氯化物含量的测定

6.6.1 汞量法（仲裁法）

6.6.1.1 原理

同GB/T 3051—2000第3章。

6.6.1.2 试剂或材料

6.6.1.2.1 尿素。

6.6.1.2.2 其它同 GB/T 3051—2000 第 4 章。

6.6.1.3 仪器设备

微量滴定管：分度值为0.01 mL或0.02 mL。

6.6.1.4 试验步骤

6.6.1.4.1 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、亚硝酸盐含量的测定。

6.6.1.4.2 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。此溶液在使用前制备。

6.6.1.4.3 试验

用移液管移取50 mL（ V_2 ）试验溶液A，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。

6.6.1.5 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：

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

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（ $M=35.45$ ），单位为克每摩尔（g/mol）；

m ——6.6.1.4.1中试验溶液A中所含样品的质量的数值，单位为克（g）；

V_2 ——6.6.1.4.3中移取试验溶液A的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1 ——6.6.1.4.1中试验溶液A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0.001 %。

6.6.2 目视比浊法

6.6.2.1 原理

同GB/T 23945—2009第3章。

6.6.2.2 试剂或材料

同GB/T 23945—2009第6章。

6.6.2.3 试验步骤

用移液管移取5 mL试验溶液A（见6.6.1.4.1）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，静默10 min。所产生的白色混浊不得深于标准比浊溶液。

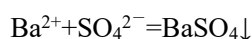
标准比浊溶液是移取1.00 mL氯化物标准溶液[1 mL含氯（Cl）0.10 mg]，与试验溶液同时同样处理。

6.7 硫酸盐含量的测定

6.7.1 重量法（仲裁法）

6.7.1.1 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：



6.7.1.2 试剂或材料

6.7.1.2.1 盐酸。

6.7.1.2.2 盐酸溶液：1+1。

6.7.1.2.3 氯化钡溶液：100 g/L。

6.7.1.2.4 硝酸银溶液：17 g/L。

6.7.1.3 仪器设备

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

6.7.1.4 试验步骤

用移液管移取50 mL试验溶液A（见6.6.1.4.1），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。

6.7.1.5 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：

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

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 ——6.6.1.4.1中试验溶液A中所含样品的质量的数值，单位为克（g）；

V_2 ——6.7.1.4中移取试验溶液A的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1 ——6.6.1.4.1中试验溶液A的体积的数值，单位为毫升（mL）。

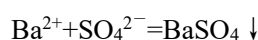
取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于0.002 %。

6.7.2 目视比浊法

6.7.2.1 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：



6.7.2.2 试剂或材料

6.7.2.2.1 盐酸溶液：1+4。

6.7.2.2.2 氯化钡溶液：100 g/L。

6.7.2.2.3 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（ SO_4 ）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。

6.7.2.3 试验步骤

用移液管移取5 mL试验溶液A（见6.6.1.4.1），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。所呈浊度与标准比浊溶液比较。

标准比浊溶液是取0.50 mL硫酸盐标准溶液，移入100 mL比色管中，加的水至约75 mL，与同体积的试验溶液同时同样处理。

6.8 碳酸盐含量的测定

6.8.1.1 原理

以溴甲酚绿—甲基红为指示剂，用硫酸标准滴定溶液滴定。

6.8.1.2 试剂或材料

6.8.1.2.1 硫酸标准滴定溶液： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.8.1.2.2 溴甲酚绿—甲基红混合指示液。

6.8.1.3 试验步骤

用移液管移取50 mL试验溶液（见6.6.1.4.1），置于250 mL锥形瓶中，加入3滴~4滴溴甲酚绿—甲基红混合指示液，用硫酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色，煮沸2 min，迅速冷却，继续用硫酸标准滴定溶液滴定至溶液呈暗红色为止。

6.8.1.4 试验数据处理

碳酸盐含量以碳酸根（ CO_3 ）的质量分数 w_6 计，按公式（6）计算：

$$w_6 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m(V_2/V_1)} \times 100\% \quad \text{..... (6)}$$

式中：

V ——滴定时消耗硫酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——硫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（ $1/2 \text{CO}_3$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=29.99$ ）；

m ——6.6.1.4.1中试验溶液A中所含样品的质量的数值，单位为克（g）；

V_2 ——6.8.1.3中所移取试验溶液A的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1 ——6.6.1.4.1中试验溶液A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 %。

6.9 铵盐含量的测定

6.9.1 甲醛法（仲裁法）

6.9.1.1 原理

同 GB/T 3600—2000第3章。

6.9.1.2 试剂或材料

同 GB/T 3600—2000中4.1。

6.9.1.3 试验步骤

用移液管移取50 mL（ V_2 ）试验溶液A（见6.6.1.4.1），置于250 mL锥形瓶中。以下操作按GB/T 3600—2000的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。

6.9.1.4 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：

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

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）（ $M=18.03$ ）；

m ——6.6.1.4.1中试验溶液A中所含样品的质量的数值，单位为克（g）；

V_2 ——6.9.1.3中所移取试验溶液A的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1 ——6.6.1.4.1中试验溶液A的体积的数值，单位为毫升（mL）。

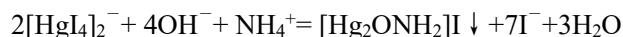
取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于0.002 %。

6.9.2 目视比色法

6.9.2.1 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难溶化合物，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：



6.9.2.2 试剂或材料

6.9.2.2.1 氢氧化钠溶液：320 g/L。

6.9.2.2.2 纳氏试剂。

6.9.2.2.3 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。

6.9.2.3 试验步骤

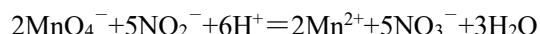
用移液管移取5 mL试验溶液A（见6.6.1.4.1），置于100 mL比色管中，加水至约75 mL，加3 mL氢氧化钠溶液及2 mL纳氏试剂，用水稀释至刻度，摇匀。所呈颜色与标准比色溶液比较。

标准比色溶液是取2.00 mL铵标准溶液，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。

6.10 亚硝酸盐含量的测定

6.10.1 原理

用试验溶液滴定酸性高锰酸钾标准滴定溶液，样品中的亚硝酸盐可使高锰酸钾还原，使其颜色消退。根据试验溶液消耗量计算亚硝酸钠含量。其主要反应式如下：



6.10.2 试剂或材料

6.10.2.1 硫酸溶液：1+20。

6.10.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液： $c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.01 \text{ mol/L}$ 。用移液管移取 25mL 按 HG/T 3696.1 制备的高锰酸钾标准滴定溶液，置于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.10.3 试验步骤

在250 mL锥形瓶中加入约50 mL硫酸溶液，加热至40 °C～50 °C。用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至淡粉色后再准确加入1.00 mL～2.00 mL（ V ）。用试验溶液A（见6.6.1.4.1）滴定锥形瓶中的高锰酸钾标准滴定溶液至淡粉色为止，记录消耗试验溶液A（见5.8.4.1）的体积数值（ V_2 ）。

6.10.4 试验数据处理

亚硝酸盐含量以亚硝酸根（NO₂）的质量分数 w_8 计，按公式（8）计算：

$$w_8 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m \times (V_2/V_1)} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中：

V ——准确加入高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——高锰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——亚硝酸盐（1/2 NO₂）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=22.99$ ）；

m ——6.6.1.4.1 中试验溶液 A 中所含样品的质量的数值，单位为克（g）；

V_2 ——6.10.3 中滴定时消耗试验溶液 A 的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_1 ——6.6.1.4.1 中试验溶液 A 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 0.003 %。

6.11 吸湿率的测定

6.11.1 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。

6.11.2 试剂或材料

饱和硝酸钾溶液。

6.11.3 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。

6.11.4 试验步骤

将 6.4 中干燥至质量恒定的后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℃±2℃ 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。

6.11.5 试验数据处理

吸湿率的质量分数以 w_9 计，按公式（9）计算：

$$w_9 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (9)$$

式中：

m_1 ——样品吸收水分后的质量的数值，单位为克（g）；

m ——6.4 中干燥至质量恒定的的样品的质量的数值，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 0.05 %。

6.12 游离酸或游离碱

6.12.1 原理

将样品溶于水，加入溴百里香酚蓝指示剂。根据溶液的颜色，用氢氧化钠标准溶液或盐酸标准溶液滴定，计算游离酸或碱含量。

6.12.2 试剂或材料

6.12.2.1 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.12.2.2 盐酸化钠标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.12.2.3 不含二氧化碳的水。

6.12.2.4 溴百里香酚蓝指示液：1 g/L。

6.12.3 试验步骤

称取约 5 g 样品，精确至 0.01 g。加 50 mL 不含二氧化碳的水溶解。加 2 滴溴百里香酚蓝指示液。若试验溶液呈黄色，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定；若试验溶液呈蓝色，用盐酸标准滴定溶液滴定。

6.12.4 试验数据处理

游离酸含量（以 HNO_3 计）或游离碱含量（以 KOH 计）的质量分数 w_{10} ，按公式（10）计算：

$$w_{10} = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中：

V ——滴定消耗氢氧化钠或盐酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——氢氧化钠或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 ——硝酸（ HNO_3 ）或（ KOH ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=63$ 或 56 ）；

m ——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 0.0005 %。

6.13 金属离子含量的测定

6.13.1 原理

液体样品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，确定各金属离子的含量。

6.13.2 试剂或材料

6.13.2.1 硝酸溶液：1+4。

6.13.2.2 金属离子标准溶液：1 mL 溶液含铁（Fe）、钠（Na）、钙（Ca）、镁（Mg）、钡（Ba）、锶（Sr）各 0.1 mg。用移液管各移取 10 mL 铁（Fe）、钠（Na）、钙（Ca）、镁（Mg）、钡（Ba）、锶（Sr）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。

6.13.2.3 金属离子标准混合溶液：1 mL 溶液含铁（Fe）、钠（Na）、钙（Ca）、镁（Mg）、钡（Ba）、锶（Sr）各 10 μg 。用移液管各移、取 10 mL 铁（Fe）、钠（Na）、钙（Ca）、镁（Mg）、钡（Ba）、锶（Sr）标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.13.3 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 $\text{RSD} \leq 0.5\%$ 。各被测定离子 ICP—OES 常用谱线及检出限参见附录 A。

6.13.4 试验步骤

6.13.4.1 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。

6.13.4.2 试验

用移液管移分别取 25 mL (V_2) 试验溶液，置于 5 个 100 mL 锥形瓶中，各入加 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 各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原子发射光谱仪（ICP—OES），待运转稳定后，在所选优化条件下，分别测得各离子不同质量的发射光谱强度。以被离子质量 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。

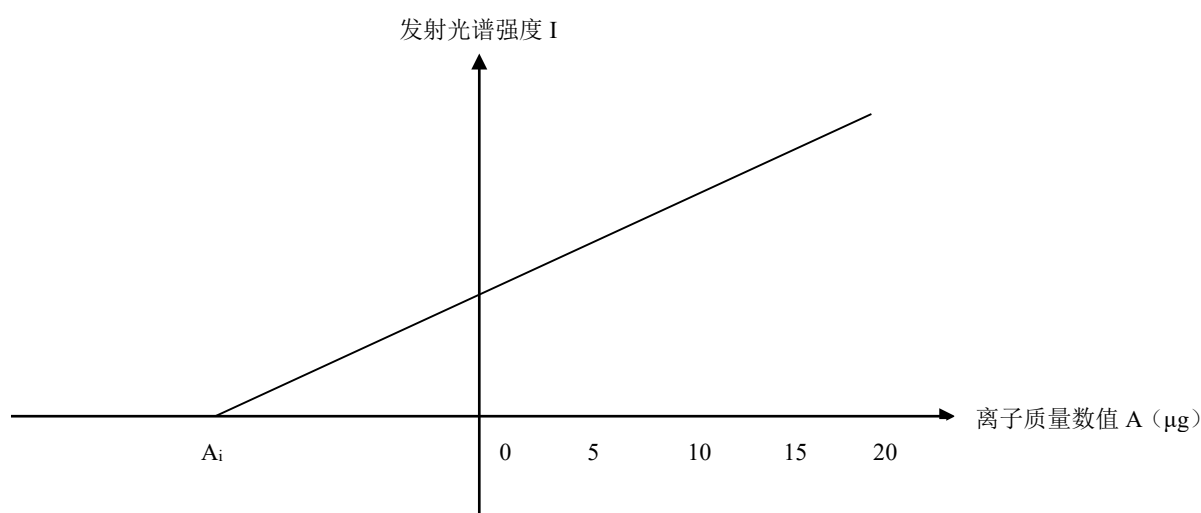


图1 工作曲线图

6.13.5 试验数据处理

金属离子含量以铁（Fe）、钠（Na）、钙（Ca）、镁（Mg）、钡（Ba）、锶（Sr）的质量分数 w_{11} ，按公式（11）计算：

$$w_{11} = \frac{A_i \times 10^{-6}}{m \times (V_2/V_1)} \times 100\% \cdots \cdots (11)$$

式中:

A_i ——从工作曲线上查出的铁(Fe)、钠(Na)、钙(Ca)、镁(Mg)、钡(Ba)、锶(Sr)的质量的数值,单位为微克(μg);

m ——试验溶液(见6.13.4.1)中所含样品的质量的数值,单位为克(g);

V_1 ——试验溶液(见6.13.4.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——所移取试验溶液(见6.13.4.2)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算术平均值的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、金属离子为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 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化学强化玻璃用硝酸钾为一批。每批产品不超过30t。

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800g,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。

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文件。

8 标志、标签

8.1 化学强化玻璃用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、类型、净含量、批号或生产日期、本文件编号以及 GB 190—2009 中规定的“氧化性物质”标志及 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的化学强化玻璃用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、类型、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 化学强化玻璃用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，其包装类别应符合 GB12268—2012 中表 1 的要求，包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的要求。

9.2 化学强化玻璃用硝酸钾在运输过程中应有遮盖物，防止包装损坏，防止雨淋、受潮。

9.3 化学强化玻璃用硝酸钾应贮存于阴凉干燥处，防止雨淋、受潮。

9.4 化学强化玻璃用硝酸钾应贮存于通风、干燥的库房内。应防止雨淋、受潮，同时避免阳光直射。应避免与酸类、金属粉末、木屑、纱布、纸张、硫磺及其他有机易燃物、还原物质共运、共贮。

9.5 化学强化玻璃用硝酸钾在搬运和码垛时，应轻拿轻放，防止摩擦、撞击，垛与垛、垛与墙之间应保持 0.7 m~0.8 m 的间距。

附录 A
(资料性附录)

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 各被测定离子 ICP—OES 常用谱线及检出限

序号	名称	元素	波长 λ /nm	检出限 DL/(μg/mL)	主要光谱干扰	备注 (制剂标准, μg/mL)
1	铁	Fe	238.20	0.002		130
			239.56	0.002		
			<u>259.94</u>	0.002		
2	钠	Na	589.59	0.002		
3	钙	Ca	393.37	0.00002		
			<u>317.93</u>	0.003		
4	镁	Mg	279.55	0.00005	Ti	
			<u>279.08</u>	0.02		
5	钡	Ba	<u>455.40</u>	0.0002		
6	锶	Sr	<u>407.77</u>	0.00008	La	
注：波长下划横线者为最佳波长。						