

ICS 71.060.50
G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5556~5559—2019

工业六氰合铁酸四钠、 工业氰酸钠、热媒体用熔盐 和柴油发动机尾气净化液用尿素 (2019)

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5556—2019	工业六氰合铁酸四钠	(1)
HG/T 5557—2019	工业氰酸钠	(11)
HG/T 5558—2019	热媒体用熔盐	(23)
HG/T 5559—2019	柴油发动机尾气净化液用尿素	(43)

ICS 71. 060. 50
G 12

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5558—2019

热媒体用熔盐

Molten salt for thermal media use

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准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。

本标准起草单位：潍坊昌盛硝盐有限公司、江西金利达钾业有限责任公司、青海爱能森新材料科技有限公司、中国科学院青海盐湖研究所、交城县并盛化工有限公司、金钾科技有限公司、夏县运力化工有限公司、青海联大化工科技有限公司、交城县金兰化工有限公司、浙江水知音环保科技有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：牟邦志、魏明、曾智勇、赵晨、武建生、梁廷刚、赵申龙、余荣华、蔺向光、俞明华、王彦、王惠玲、赵家春、李积升、李武平、王敏、陈祖新、陆思伟、王莹。

热媒体用熔盐

警示——按 GB 12268—2012 第 6 章的规定，本产品各组分涉及第 5 类第 5.1 项氧化性物质，操作时应小心谨慎。本标准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

本标准规定了热媒体用熔盐的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于以硝酸钾、硝酸钠、亚硝酸钠为原料，经加工而成的热媒体用熔盐。该产品主要用作导热、蓄热的载体。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 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 12268—2012 危险货物品名表

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15603 常用危险化学品贮存通则

GB 19434 危险货物中型散装容器检验安全规范

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

JT/T 617.1 危险货物道路运输规则 第 1 部分：通则

JT/T 617.2 危险货物道路运输规则 第 2 部分：分类

JT/T 617.3 危险货物道路运输规则 第 3 部分：品名及运输要求索引

JT/T 617.4 危险货物道路运输规则 第 4 部分：运输包装使用要求

JT/T 617.5 危险货物道路运输规则 第 5 部分：托运要求

JT/T 617.6 危险货物道路运输规则 第 6 部分：装卸条件及作业要求

JT/T 617.7 危险货物道路运输规则 第 7 部分：运输条件及作业要求

3 分类

热媒体用熔盐分两个类别：
——Ⅰ类产品为二元组分；
——Ⅱ类产品为三元组分。

4 要求

4.1 外观：白色或略带黄色晶体。

4.2 热媒体用熔盐按本标准规定的试验方法检测应符合表 1、表 2 的规定。

表 1 Ⅰ类产品技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
硝酸钾 (KNO ₃) (干基) $w/\%$	55±0.5		
硝酸钠 (NaNO ₃) (干基) $w/\%$	45±0.5		
水分 $w/\%$	≤ 0.5	0.8	1.2
水不溶物 $w/\%$	≤ 0.005	0.02	0.04
氯化物 (以 Cl 计) $w/\%$	≤ 0.02	0.04	0.06
钡离子沉淀物 (以 SO ₄ 计) $w/\%$	≤ 0.02	0.06	0.08
铵盐 (以 NH ₄ 计) $w/\%$	≤ 0.01	0.02	0.03
钙 (Ca) $w/\%$	≤ 0.001		
镁 (Mg) $w/\%$	≤ 0.001		
镍 (Ni) $w/\%$	≤ 0.001		
铬 (Cr) $w/\%$	≤ 0.001		
铁 (Fe) $w/\%$	≤ 0.001		

表 2 II 类产品技术要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
硝酸钾 (KNO ₃) (干基) w/%	53±0.5		
硝酸钠 (NaNO ₃) (干基) w/%	7±0.5		
亚硝酸钠 (NaNO ₂) (干基) w/%	40±0.5		
水分 w/% ≤	0.5	0.8	1.2
水不溶物 w/% ≤	0.005	0.02	0.04
氯化物 (以 Cl 计) w/% ≤	0.02	0.04	0.06
钡离子沉淀物 (以 SO ₄ 计) w/% ≤	0.02	0.06	0.08
铵盐 (以 NH ₄ 计) w/% ≤	0.01	0.02	0.03
钙 (Ca) w/% ≤	0.001		
镁 (Mg) w/% ≤	0.001		
镍 (Ni) w/% ≤	0.001		
铬 (Cr) w/% ≤	0.001		
铁 (Fe) w/% ≤	0.001		

5 试验方法

5.1 一般规定

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—2008 中规定的三级水。试验中所需标准滴定溶液、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。

5.2 外观的判定

在自然光下用目视法判别。

5.3 硝酸钾含量的测定

5.3.1 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,根据生成的四苯硼钾的质量确定硝酸钾含量。其主要反应式如下:



5.3.2 试剂或材料

5.3.2.1 无水乙醇。

5.3.2.2 氢氧化钠溶液: 40 g/L。

5.3.2.3 四苯硼钠乙醇溶液: 34 g/L。

5.3.2.4 四苯硼钾乙醇饱和溶液。

5.3.2.5 酚酞指示液：10 g/L。

5.3.3 仪器设备

5.3.3.1 恒温水浴：温度能控制在 $45\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

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

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

5.3.4 试验步骤

5.3.4.1 试验溶液的制备

称取 $2.0\text{ g} \sim 2.5\text{ g}$ 样品，精确至 0.0002 g 。置于 100 mL 烧杯中，加水溶解。溶液转移至 500 mL (V_1) 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。干过滤，弃去前 20 mL 滤液。

5.3.4.2 试验

用移液管移取 25 mL (V_2) 试验溶液，置于 150 mL 烧杯中，加入 $20\text{ mL} \sim 30\text{ mL}$ 水，滴加 $1\text{ 滴} \sim 2\text{ 滴}$ 酚酞指示液，用氢氧化钠溶液调节至粉红色，加热至微沸 $3\text{ min} \sim 5\text{ min}$ （若加热过程溶液褪色，再补加氢氧化钠溶液使溶液呈粉红色）。冷却后，用恒温水浴加热溶液至 $45\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，在搅拌下滴加 8 mL 四苯硼钾乙醇溶液（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 $3\text{ 次} \sim 4\text{ 次}$ 洗涤沉淀（每次应抽干），再用 2 mL 无水乙醇沿着坩埚内壁洗涤一次，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。

5.3.4.3 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：

$$w_1 = \frac{0.2822 \times (m_2 - m_1)}{m(V_2/V_1)(100\% - w_4)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

0.2822——四苯硼钾换算为硝酸钾的系数；

m_2 ——干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚和四苯硼钾沉淀的质量的数值，单位为克 (g)；

m_1 ——干燥至质量恒定的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)；

V_2 ——移取试验溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_1 ——试验溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

w_4 ——按 5.6 测得的水分的质量分数。

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 0.3% 。

5.4 硝酸钠含量的测定

5.4.1 原理

从 100% 中减去硝酸钾的质量分数、亚硝酸钠的质量分数 (II 类产品) 及杂质总量的质量分数，确定硝酸钠的质量分数。

5.4.2 试验数据处理

5.4.2.1 杂质总量的质量分数 $w_{\text{总}}$ ，按公式 (2) 计算：

$$w_{\text{总}} = w_5 + w_6 + w_7 + w_8 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

w_5 ——按 5.7 测得的水不溶物的质量分数；

w_6 ——按 5.8 测得的氯化物（以 Cl 计）的质量分数；

w_7 ——按 5.9 测得的钡离子沉淀物（以 SO_4 计）的质量分数；

w_8 ——按 5.10 测得的铵盐（以 NH_4 计）的质量分数。

5.4.2.2 I 类产品硝酸钠含量以硝酸钠 (NaNO_3) 的质量分数 w_2 计，按公式 (3) 计算：

$$w_2 = \frac{100\% - w_1 - w_{\text{总}}}{100\% - w_4} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

w_1 ——按 5.3 测得的硝酸钾的质量分数；

$w_{\text{总}}$ ——杂质总量的质量分数；

w_4 ——按 5.6 测得的水分的质最分数。

5.4.2.3 II 类产品硝酸钠含量以硝酸钠 (NaNO_3) 的质量分数 w_2 计，按公式 (4) 计算：

$$w_2 = \frac{100\% - w_1 - w_3 - w_{\text{总}}}{100\% - w_4} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

w_1 ——按 5.3 测得的硝酸钾的质量分数；

w_3 ——按 5.5 测得的亚硝酸钠的质量分数；

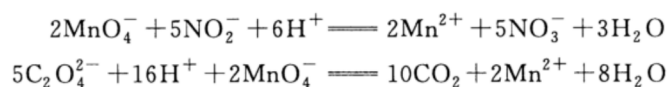
$w_{\text{总}}$ ——杂质总量的质量分数；

w_4 ——按 5.6 测得的水分的质最分数。

5.5 亚硝酸钠含量的测定

5.5.1 原理

在酸性条件下，高锰酸钾与亚硝酸钠及准确加入的草酸钠反应，根据高锰酸钾标准滴定溶液消耗的总量与草酸钠标准滴定溶液消耗高锰酸钾标准滴定溶液的量的差值计算亚硝酸钠含量。其主要反应式如下：



5.5.2 试剂或材料

5.5.2.1 硫酸溶液：1+5。

将配制的硫酸溶液加热至约 70℃，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至硫酸溶液呈浅粉色，冷却。

5.5.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液： $c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.5.2.3 草酸钠标准滴定溶液： $c\left(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4\right) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

按下列方法进行制备：

- a) 配制：称取约 6.7 g 草酸钠，溶解于 300 mL 硫酸溶液（1+29）中，用水稀释至 1 000 mL，摇匀。
- b) 标定：在 250 mL 锥形瓶中用滴定管加入 30.00 mL～35.00 mL 草酸钠标准滴定溶液 $\left[c\left(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4\right)\approx 0.1\text{ mol/L}\right]$ ，再加入 100 mL 硫酸溶液（8+92），用高锰酸钾标准滴定溶液滴定，近终点时加热至约 65℃，继续用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈浅粉色保持 30 s。同时进行空白试验。
- c) 计算：草酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值 c ，数值以摩尔每升（mol/L）表示，按公式（5）计算：

$$c = \frac{(V_1 - V_2)c_1}{V} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- V_1 ——滴定时消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
 V_2 ——空白试验时消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
 c_1 ——高锰酸钾标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；
 V ——标定时所移取草酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）。

5.5.3 试验步骤

5.5.3.1 试验溶液的制备

称取 2.5 g～2.7 g 样品，精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 烧杯中，加水溶解。全部移入 250 mL（ V_3 ）容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.5.3.2 试验

在 250 mL 锥形瓶中，用滴定管滴加 30 mL～35 mL 高锰酸钾标准滴定溶液。用移液管加入 25 mL（ V_4 ）试验溶液，再加入 10 mL 硫酸溶液，加热至 40℃。用移液管加入 10 mL（ V_2 ）草酸钠标准滴定溶液，不断摇动，使颜色完全退去成为清亮溶液，再加热至 70℃～80℃，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈浅粉色并保持 30 s 不消失为止。

5.5.4 试验数据处理

亚硝酸钠含量以亚硝酸钠（ NaNO_2 ）的质量分数 w_3 计，按公式（6）计算：

$$w_3 = \frac{(V_1c_1 - V_2c_2)M \times 10^{-3}}{m(V_4/V_3)(100\% - w_4)} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

- V_1 ——加入和滴定消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
 c_1 ——高锰酸钾标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；
 V_2 ——加入草酸钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；
 c_2 ——草酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；
 M ——亚硝酸钠 $\left(\frac{1}{2}\text{NaNO}_2\right)$ 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=34.50$ ）；
 m ——样品的质量的数值，单位为克（g）；
 V_4 ——移取试验溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_3 ——试验溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

w_4 ——按 5.6 测得的水分的质量分数。

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%。

5.6 水分的测定

5.6.1 仪器设备

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

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

5.6.2 试验步骤

称取约 5 g 样品，精确至 0.000 2 g。置于预先在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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。

5.6.3 试验数据处理

水分的质量分数 w_4 ，按公式（7）计算：

$$w_4 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

m ——样品的质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——干燥至质量恒定后试样的质量的数值，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 0.05%。

5.7 水不溶物含量的测定

5.7.1 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。

5.7.2 仪器设备

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

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

5.7.3 试验步骤

称取约 10 g 样品，精确至 0.01 g。置于 400 mL 烧杯中，加水至约 150 mL，加热使样品完全溶解。用预先在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下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）。将玻璃砂坩埚连同水不溶物置于电热恒温干燥箱中，在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定。

5.7.4 试验数据处理

水不溶物含量以水不溶物的质量分数 w_5 计，按公式（8）计算：

$$w_5 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (8)$$

(33)

式中：

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

m_0 ——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%。

5.8 氯化物含量的测定

5.8.1 原理

同 GB/T 3051—2000 第 3 章。

5.8.2 试剂或材料

5.8.2.1 尿素。

5.8.2.2 其他同 GB/T 3051—2000 第 4 章。

5.8.3 仪器设备

微量滴定管：分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

5.8.4 试验步骤

5.8.4.1 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，加水至约 360 mL，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、钡离子沉淀物、铵盐含量的测定。

5.8.4.2 参比溶液的制备

在 250 mL 锥形瓶中加入 50 mL 水，再加入 3 g 尿素，加热溶解。在微沸下滴加硝酸溶液 (1+1) 至无细小气泡产生。冷却后，加入 2 滴~3 滴溴酚蓝指示液，用氢氧化钠溶液 (1 mol/L) 调至溶液呈蓝色，再用硝酸溶液 (1 mol/L) 调至溶液由蓝色变为黄色，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为 $c\left[\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2\right] = 0.05 \text{ mol/L}$ 的硝酸汞标准滴定溶液滴定至紫红色。记录消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积。此参比溶液临用前制备。

5.8.4.3 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。以下按 5.8.4.2 从“再加入 3 g 尿素，加热溶解……”开始进行操作，终点颜色应与参比溶液的颜色保持一致。

含汞废液的处理按 GB/T 3051—2000 附录 D 进行操作。

5.8.5 试验数据处理

氯化物含量以氯 (Cl) 的质量分数 w_6 计，按公式 (9) 计算：

$$w_6 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m(V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

(34)

式中:

V ——滴定试验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);

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的浓度的准确数值,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) ($M=35.45$);

m ——试验溶液A中所含样品的质量的数值,单位为克(g);

V_2 ——移取试验溶液A的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——试验溶液A的体积的数值,单位为毫升(mL)。

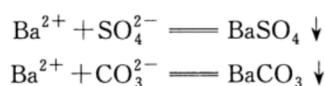
取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于0.002%。

5.9 钡离子沉淀物含量的测定

5.9.1 重量法(仲裁法)

5.9.1.1 原理

钡离子在弱碱性条件下与硫酸盐、碳酸盐生成硫酸钡及碳酸钡沉淀,称量生成的沉淀的质量,用于钡离子沉淀物(以 SO_4 计)含量的测定。其主要反应式如下:



5.9.1.2 试剂或材料

5.9.1.2.1 氨水溶液:1+4。

5.9.1.2.2 氯化钡溶液:100 g/L。

称取10.0 g氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$),溶于水,用水稀释至100 mL。

5.9.1.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。

5.9.1.2.4 无二氧化碳的水。

5.9.1.3 仪器设备

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

5.9.1.4 试验步骤

用移液管移取50 mL(V_2)试验溶液A(见5.8.4.1),置于400 mL烧杯中,加无二氧化碳的水至约250 mL,再加入1 mL氨水溶液,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,加入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,然后置于高温炉中,在 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 下灼烧至质量恒定。

5.9.1.5 试验数据处理

钡离子沉淀物含量以硫酸根(SO_4)的质量分数 w_7 计,按公式(10)计算:

$$w_7 = \frac{0.4115 \times (m_1 - m_0)}{m(V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (10)$$

(35)

式中：

0.4115——钡离子沉淀物换算为硫酸根的系数；

m_1 ——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_0 ——灼烧至质量恒定后瓷坩埚的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试验溶液 A 中所含样品的质量的数值，单位为克（g）；

V_2 ——移取试验溶液 A 的体积的数值，单位为毫升（mL）；

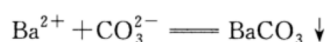
V_1 ——试验溶液 A 的体积的数值，单位为毫升（mL）。

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 0.005%。

5.9.2 目视比浊法

5.9.2.1 原理

在弱碱性条件下钡离子与硫酸根、碳酸根生成白色的难溶化合物，当其含量较低时形成稳定的悬浮液，可用于钡离子沉淀物（以 SO_4 计）含量的测定。其主要反应式如下：



5.9.2.2 试剂或材料

5.9.2.2.1 氨水溶液：1+4。

5.9.2.2.2 氯化钡溶液：100 g/L。

5.9.2.2.3 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。

5.9.2.2.4 无二氧化碳的水。

5.9.2.3 试验步骤

用移液管移取 5 mL 试验溶液 A（见 5.8.4.1），置于 100 mL 比色管中，加无二氧化碳的水至约 75 mL，再加入 1 mL 氨水溶液及 2 mL 氯化钡溶液，用无二氧化碳的水稀释至刻度，摇匀。所呈浊度与标准比浊溶液比较。

标准比浊溶液是取 2.00 mL（优等品）、6.00 mL（一等品）、8.00 mL（合格品）硫酸盐标准溶液，分别置于 3 个 100 mL 比色管中，加无二氧化碳的水至约 75 mL，与试验溶液同时同样处理。

5.10 铵盐含量的测定

5.10.1 甲醛法（仲裁法）

5.10.1.1 原理

同 GB/T 3600—2000 第 3 章。

5.10.1.2 试剂或材料

同 GB/T 3600—2000 中 4.1。

5.10.1.3 试验步骤

称取 10 g~20 g 样品，精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 锥形瓶中，加入 100 mL 水溶解。以下操作按 GB/T 3600—2000 中 4.3 从“再加 1 滴甲基红指示液……”开始进行操作，同时进行空白试验。

5.10.1.4 试验数据处理

铵盐含量以铵 (NH_4) 的质量分数 w_8 计，按公式 (11) 计算：

$$w_8 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (11)$$

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的浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

M ——铵 (NH_4) 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=18.03$)；

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 0.002%。

5.10.2 纳氏试剂比色法

5.10.2.1 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，形成稳定的悬浮液，可用于铵盐的目视比色法测定。其主要反应式如下：



5.10.2.2 试剂或材料

5.10.2.2.1 氢氧化钠溶液：320 g/L。

5.10.2.2.2 纳氏试剂。

5.10.2.2.3 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。

5.10.2.3 试验步骤

用移液管移取 5 mL 试验溶液 A (见 5.8.4.1)，置于 100 mL 比色管中，加水至约 75 mL，再加入 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 1.00 mL (优等品)、2.00 mL (一等品)、3.00 mL (合格品) 铵标准溶液，分别置于 3 个 100 mL 比色管中，加水至约 75 mL，与试验溶液同时同样处理。

5.11 钙、镁、镍、铬、铁含量的测定

5.11.1 原理

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，确定各金属离子的含量。

5.11.2 试剂或材料

5.11.2.1 水：符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

5.11.2.2 硝酸溶液：1+4。

5.11.2.3 混合标准储备溶液：1 mL 溶液含钙（Ca）、镁（Mg）、镍（Ni）、铬（Cr）、铁（Fe）各 0.1 mg。

用移液管分别移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钙（Ca）、镁（Mg）、镍（Ni）、铬（Cr）、铁（Fe）标准溶液，置于同一 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.11.2.4 混合标准溶液：1 mL 溶液含钙（Ca）、镁（Mg）、镍（Ni）、铬（Cr）、铁（Fe）各 5 μg 。

用移液管移取 5 mL 混合标准储备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.11.3 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 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 常用谱线及检出限参见附录 A。

5.11.4 试验步骤

5.11.4.1 试验溶液 B 的制备

称取约 10 g 样品，精确至 0.01 g。置于 250 mL 烧杯中，加水至约 150 mL，加热使样品完全溶解。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。

5.11.4.2 试验

在 5 个 100 mL 容量瓶中用移液管分别移入 20 mL (V_2) 试验溶液 B（见 5.11.4.1），各加入 5 mL 硝酸溶液，再分别加入 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 混合标准溶液，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，分别测得各离子不同质量的发射光谱强度。以被测离子的质量为横坐标、对应的发射光谱强度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，交点与原点之间的距离即为被测离子质量 m_i （见图 1），经计算得各离子含量。

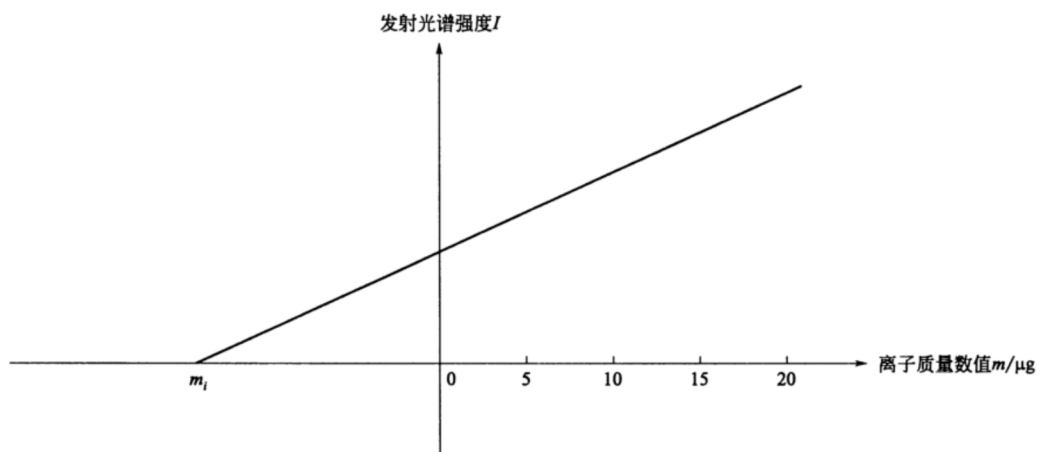


图 1 工作曲线图

5.11.5 试验数据处理

钙、镁、镍、铬、铁含量以钙 (Ca)、镁 (Mg)、镍 (Ni)、铬 (Cr)、铁 (Fe) 的质量分数 w_g 计, 按公式 (12) 计算:

$$w_g = \frac{m_i \times 10^{-6}}{m(V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

m_i ——从工作曲线上查出的钙 (Ca)、镁 (Mg)、镍 (Ni)、铬 (Cr)、铁 (Fe) 的质量的数值, 单位为微克 (μg);

m ——试验溶液 B 中所含样品的质量的数值, 单位为克 (g);

V_2 ——移取试验溶液 B 的体积的数值, 单位为毫升 (mL);

V_1 ——试验溶液 B 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相对偏差应不大于平均值的 10%。

6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验, 型式检验和出厂检验项目如下:

——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, 每个月至少进行 1 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。

——下列为各类型产品的出厂检验项目, 应逐批检验:

- I 类产品中硝酸钾、硝酸钠、水分、水不溶物、氯化物、钡离子沉淀物、铵盐含量;
- II 类产品中硝酸钾、硝酸钠、亚硝酸钠、水分、水不溶物、氯化物、钡离子沉淀物、铵盐含量。

6.2 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类别的热媒体用熔盐为一批。每批产品不超过 100 t。

6.3 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、类别、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。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准的要求,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标准的要求,则整批产品为不合格。

6.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7 标志、标签

7.1 热媒体用熔盐包装袋上要有牢固、清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、类别、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号、GB 190—2009 中规定的“氧化性物质”标志以及 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的热媒体用熔盐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、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 热媒体用熔盐包装的包装类别应符合 GB 12268—2012 中表 1 的规定,包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的规定。当采用铁路运输时,其包装还应符合《铁路危险货物运输管理暂行规定》的规定。内包装采用聚乙烯塑料袋,包装时将袋内空气排净后,扎紧袋口或热合封口。热媒体用熔盐产品的包装质量应符合 GB 12463—2009 规定的 II 类包装性能试验,每件净含量为 25 kg、50 kg。用户对包装件规格有特殊要求时,可供需协商,其包装类别应符合 GB 12268—2012 中表 1 的规定,包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的规定。包装规格超过 400 kg 的包装件,其包装类别应符合 GB 12268—2012 中表 1 的规定,包装容器类别、质量及容量应符合 GB 19434 的规定。

8.2 热媒体用熔盐的运输应符合铁路、公路、水路危险货物运输安全监督管理的相关规定及 JT/T 617.1~JT/T 617.7 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。严禁与酸类、易燃物、有机物、还原剂、自燃物品、遇湿易燃物品同车混运。运输车辆装卸前后均应彻底清扫、洗净,不应混入有机物、易燃物等。装卸时要轻拿、轻放,防止摩擦,严禁撞击。

8.3 热媒体用熔盐应贮存于通风、干燥的库房内,应防止雨淋、受潮,同时还应符合 GB 15603 的规定。

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 $DL/(\mu\text{g/mL})$	主要光谱干扰	备 注 制剂标准/ $(\mu\text{g/mL})$
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	镍	Ni	221.65 232.00 <u>231.60</u>	0.008 0.009 0.009	Co, W Cr, Pt	2.5
4	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
5	铁	Fe	238.20 239.56 <u>259.94</u>	0.002 0.002 0.002		130
注：波长下划横线者为最佳波长。						