

ICS 71.060.50
G 12
备案号:23659—2008

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG 3247—2008

代替 HG 3247—2000

工业高氯酸钾

Potassium perchlorate for industrial use

2008-04-23 发布

2008-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

本标准的第七条、第八条、第九条和第十条为强制性的,其余为推荐性的。

本标准是修改采用美国军用标准 MIL—P—217A:1962(1986 年确认)《高氯酸钾》对化工行业标准 HG 3247—2000《高氯酸钾》进行修订。

在采用 MIL—P—217A:1962(1986 年确认)时,本标准做了一些修改,有关技术性差异及结构性差异已编入正文中,并在它们涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。附录 A 和附录 B 中给出了这些技术性差异及结构性差异及原因的一览表以供参考。

本标准代替 HG 3247—2000《高氯酸钾》。

本标准与 HG 3247—2000 相比主要变化如下:

- 取消了等级划分,并根据产品的主要用途分为二个类型(2000 年版 3.1,本版 4);
- 对氯酸盐、氯化物指标进行了调整(2000 年版 3.2,本版 5.2);
- I 型产品中增加溴酸盐、钠、钙镁盐、水不溶物、铁含量及 pH 值的要求(本版 5.2);
- I 型产品中增加钠、钙镁盐、水不溶物、铁含量及 pH 值的测定方法(本版 6.10~6.14);
- 对高氯酸钾含量测定时的标准滴定溶液浓度及加入量进行调整(2000 年版 4.1,本版 6.4);
- 检验规则中将要求中规定的检验分为型式检验和出厂检验(2000 年版 5.1,本版 7.1);
- 增加了附录 A、附录 B。

本标准的附录 A、附录 B 是资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准主要起草单位:江西省铜鼓县永宁化工有限责任公司、湖南省桂东县高氯酸钾厂、永州九星化工有限公司、重庆长寿化工有限责任公司、湖南省浏阳市化工厂有限公司、天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:文龙生、涂绪程、黄凯、朱元生、李良银、张武松、陆思伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

- HG 3247—1987;
- HG 3247—2000。

工业高氯酸钾

1 范围

本标准规定了工业高氯酸钾的分类、要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于工业高氯酸钾。该产品主要用于制造烟花爆竹、安全火柴、炸药、气象火箭、民用引火煤、氧化剂等。

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）或修订版本均不适用于本标准，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 190—1990 危险货物包装标志

GB/T 191—2000 包装储运图示标志

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

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(neq ISO 5790 : 1979)

GB/T 6003.1—1997 金属丝编织网试验筛(eqv ISO 3310-1 : 1990)

GB/T 6678 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)

GB/T 9725—1988 化学试剂 电位滴定法通则(eqv ISO 6353-1 : 1982)

GB 15258—1999 化学品安全标签编写规定

GB 16483—2000 化学品安全技术说明书编写规定

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 分子式、相对分子质量

分子式： KClO_4

相对分子质量：138.55（按 2005 年国际相对原子质量）

4 分类

工业高氯酸钾分两个型号：

I 型产品主要用于气象火箭推进、氧化剂等；

II 型产品主要用于烟花爆竹、安全火柴、引火煤等。

5 要求

5.1 外观：白色结晶粉末。

5.2 工业高氯酸钾应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目		指 标	
		I 型	II 型
高氯酸钾(KClO_4) $w/\%$	\geq	99.2	99.0
水分 $w/\%$	\leq	0.02	0.03
氯化物(以 KCl 计) $w/\%$	\leq	0.05	0.10
氯酸盐(以 KClO_3 计) $w/\%$	\leq	0.05	0.15
次氯酸盐(以 Cl 计) $w/\%$	\leq	无	无
溴酸盐(以 KBrO_3 计) $w/\%$	\leq	0.02	—
钠(以 NaClO_4 计) $w/\%$	\leq	0.20	—
钙镁盐(以氧化物计) $w/\%$	\leq	0.20	—
水不溶物 $w/\%$	\leq	0.01	—
铁(以 Fe_2O_3 计) $w/\%$	\leq	0.002	—
pH 值		7 ± 1.5	—
粒度: 通过率/ $\%$	420 μm 试验筛	100	—
	180 μm 试验筛	99.9	—
	150 μm 试验筛	99.5	99.0
	75 μm 试验筛	90.0	—

6 试验方法

6.1 安全提示

本标准试验方法中使用的试剂具有毒性、腐蚀性,操作者须小心谨慎!加热时应在通风良好的通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

6.2 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—1992 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 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

6.3 外观的判别

在自然光下用目视法判别。

6.4 高氯酸钾含量的测定

6.4.1 方法提要

以亚硝酸钠作助熔剂和还原剂,采用熔融法将试样高氯酸钾还原为氯化钾,再以佛尔哈德法测定氯离子,经计算,确定高氯酸钾含量。

6.4.2 试剂和材料

6.4.2.1 亚硝酸钠。

6.4.2.2 硝基苯。

6.4.2.3 硝酸溶液:1—2。

6.4.2.4 硝酸银标准溶液: $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

6.4.2.5 硫氰酸钾标准滴定溶液: $c(\text{KCNS}) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

a) 配制:称取 4.85 g 硫氰酸钾溶于 1 000 mL 水中,摇匀。

b) 标定:称取 0.3 g 于硫酸干燥器中干燥至质量恒定的工作基准试剂硝酸银,溶于 90 mL 水中,加 10 mL 淀粉溶液(10 g/L)及 10 mL 硝酸溶液(25 %),以 216 型银电极作指示电极,217 型双盐桥饱和甘汞电极作参比电极,用配制好的硫氰酸钾溶液滴定,并按 GB/T 9725—1988 中 6.2.2 条的规定计算 V_0 。

c) 计算:硫氰酸钾标准滴定溶液的浓度(c),数值以摩尔每升(mol/L)表示,按下式(1)计算:

$$c = \frac{m \times 1\,000}{V_0 M} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m ——硝酸银的质量的准确数值,单位为克(g);

V_0 ——硫氰酸钾溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

M ——硝酸银(AgNO_3)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=169.87$)。

6.4.2.6 硫酸铁铵指示液:80 g/L。

6.4.3 仪器、设备

高温炉:能控制温度在 $(500 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。

6.4.4 分析步骤

称取约 1 g 预先研磨成粉状的试样,精确至 0.000 2 g。置于镍坩埚中,加 6 g 研磨成粉状的亚硝酸钠,充分混匀,加盖后放入高温炉内,逐渐升温至 500°C ,在此温度下熔融 1.5 h。冷却后,用热水将熔融物溶解并洗入烧杯中,冷却。全部移入 250 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL 试验溶液置于 250 mL 锥形瓶中,用移液管加入 50 mL 硝酸银标准滴定溶液和 10 mL 硝酸溶液,加热至二氧化氮气体全部逸出,冷却后,加入 5 mL 硝基苯,摇动 30 s,加入 5 mL 硫酸铁铵指示液,用硫氰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液出现红色为止。

同时作空白试验。

空白试验是除不加试样外,用制备试验溶液的全部试剂和同样用量及相同的操作进行试验。

6.4.5 结果计算

高氯酸钾含量以高氯酸钾(KClO_4)的质量分数 w_1 计,数值以 % 表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{[(V_0 - V)/1\,000]cM}{m \times 25/250} \times 100 - (1.858w_3 + 1.131w_4) \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V_0 ——滴定空白溶液消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——滴定试验溶液消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫氰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

w_3 ——测出的氯化物(以 KCl 计)的质量分数,单位为百分数(%);

w_4 ——测出的氯酸盐(以 KClO_3 计)的质量分数,单位为百分数(%);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——高氯酸钾(KClO_4)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=138.6$);

1.858——将 KCl 换算成 KClO_4 的系数;

1.131——将 KClO_3 换算成 KClO_4 的系数。

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 %。

6.5 水分的测定

6.5.1 方法提要

将试样在 105°C 干燥至质量恒定,比较试样干燥前后的减少量,经计算确定水分。

6.5.2 仪器、设备

电烘箱:温度能控制 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

6.5.3 分析步骤

使用预先在 $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定的称量瓶称取约 10 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于电烘箱中烘 1 h,取出后置于干燥器中,冷却至室温,称量。如此反复操作直至质量恒定。

6.5.4 结果计算

水分以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——干燥后试样的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,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 %。

6.6 氯化物含量的测定

6.6.1 方法提要

同 GB/T 3051—2000 中第 3 章。

6.6.2 试剂和材料

同 GB/T 3051—2000 中第 4 章。

6.6.3 测定步骤

称取约 10 g 试样,精确到 0.01 g。置于 250 mL 锥形瓶中,加 100 mL 水,加热至样品完全溶解,冷却。加 2~3 滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液至恰呈黄色,再过量 2~3 滴,加 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色。

同时作空白试验。

空白试验是除不加试样外,用制备试验溶液的全部试剂和同样用量及相同的操作进行试验。

6.6.4 结果计算

氯化物含量以氯化钾(KCl)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{[(V - V_0)/1\,000]cM}{m} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V ——滴定试验溶液消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白溶液消耗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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——氯化钾(KCl)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=74.55$)。

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 0.003 %。

6.7 氯酸盐含量的测定

6.7.1 方法提要

用过量的亚铁盐还原产品中的氯酸盐,用高锰酸钾滴定过量的亚铁盐,同时做空白试验。由高锰酸钾两次滴定之差,计算出氯酸盐含量。

6.7.2 试剂和材料

6.7.2.1 硫酸亚铁铵标准溶液: $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

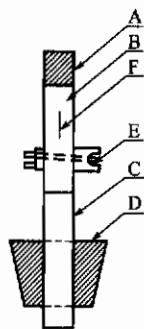
6.7.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.7.3 仪器、设备

微量滴定管:分度值 0.01 mL 或 0.02 mL。

6.7.4 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g。置于 250 mL 锥形瓶中,加 100 mL 水。加热溶解后用移液管加



- A——玻璃塞；
 B——橡皮管；
 C——玻璃管(内径 4 mm)；
 D——橡皮塞；
 E——弹簧夹；
 F——在橡皮管上切一长孔(长为 7 mm)。

本生阀示意图

入 10 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液,盖上具有本生阀的橡皮塞,煮沸 5 min。冷却后,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至粉红色出现,并保持 30 s 不褪色。

同时做空白试验。

空白试验是除不加试样外,用制备试验溶液的全部试剂和同样用量及相同的操作进行试验。

注:如 V 值小于 0.2 mL,应适当增加硫酸亚铁铵标准溶液的加入量(用移液管准确加入)。

6.7.5 结果计算

氯酸盐含量以氯酸钾(KClO_3)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{[(V_0 - V)/1000]cM}{m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- V ——滴定试验溶液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_0 ——滴定空白溶液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 ——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 ——试料的质量的数值,单位为克(g);
 M ——氯酸钾($1/6\text{KClO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=20.42$)。

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 0.003 %。

6.8 次氯酸盐含量的测定(检出试验)

6.8.1 方法提要

试验溶液中的次氯酸根将碘离子氧化成(I_2),用淀粉-碘化钾试纸判断试样中是否有次氯酸盐。

6.8.2 试剂和材料

淀粉-碘化钾试纸。

6.8.3 分析步骤

称取(10 ± 0.1)g 试样,置于 400 mL 烧杯中,加 200 mL 水。将一条淀粉-碘化钾试纸置于溶液中,试纸应不呈蓝色。若试纸立即呈蓝色,则表明溶液中有次氯酸盐存在。

6.9 溴酸盐含量的测定

6.9.1 原理

在酸性条件下,试样中的溴酸盐与碘化钾反应析出碘,以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准溶液滴定。

6.9.2 试剂和溶液

6.9.2.1 盐酸溶液:1+9。

6.9.2.2 碘化钾溶液:100 g/L,现用现配。

6.9.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。

用移液管移取 50 mL 按 HG/T 3696.1 配制的硫代硫酸钠标准滴定溶液,置于 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.9.2.4 可溶性淀粉溶液:2 g/L。

6.9.3 测定步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g。置于 500 mL 碘量瓶中,加 200 mL 新煮沸又冷却的蒸馏水,加热溶解,加 5 mL 盐酸溶液,5 mL 碘化钾溶液,混匀后于暗处放置 1 h。加入 5 mL 淀粉指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至蓝色消失为止。

同时做空白试验。

空白试验是除不加试样外,用制备试验溶液的全部试剂和同样用量及相同的操作进行试验。

6.9.4 结果计算

溴酸盐含量以溴酸盐(KBrO_3)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{[(V - V_0)/1000]cM}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——溴酸钾($1/6\text{KBrO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=27.83$)。

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 %。

6.10 钠含量的测定

6.10.1 原理

试样溶于水,将试液于火焰光度计的灯中雾化后,测定雾状试样中的钠经火焰燃烧所激发的光谱强度。

6.10.2 试剂和溶液

6.10.2.1 钾标准溶液:1 mL 溶液含钾(K)1 mg。

6.10.2.2 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)1 mg。

6.10.3 仪器、设备

火焰光度计。

6.10.4 测定步骤

6.10.4.1 工作曲线的绘制

a) 标准参比溶液的配制:取 5 个 100 mL 容量瓶,按下表所示量加入标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

溶液	1#	2#	3#	4#	5#
钾标准溶液/mL	10.00	10.00	10.00	10.00	10.00
钠标准溶液/mL	0	0.50	1.00	1.50	2.00

b) 测定:接通火焰分光光度计电源,预热 20 min,调节仪器的灵敏度,用 1# 溶液调零,用 5# 溶液调满刻度。依次测定标准参比溶液的辐射强度。每次测定前都应调节仪器的灵敏度。

c) 工作曲线的绘制:以钠含量为横坐标,以相应的标准参比溶液的辐射强度为纵坐标绘制工作曲线。

6.10.4.2 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g。置于 100 mL 烧杯中,加适量水加热溶解,全部移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,于 60 °C~80 °C 的水浴中保温。

6.10.4.3 测定

接通火焰分光光度计电源,预热 20 min。调节仪器灵敏度,分别用标准参比溶液的 1# 和 5# 溶液调零和调满刻度。然后测定试验溶液(60 °C~80 °C)的辐射强度。每次测定都应调节仪器灵敏度。

6.10.5 结果计算

钠含量以氯酸钠(NaClO_4)的质量分数 w_6 计,数值以 % 表示,按式(7)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 \times 10^{-3} \times 5.325}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的钠的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

5.325——将钠(Na)换算成氯酸钠(NaClO_4)的系数。

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 0.02 %。

6.11 钙、镁盐含量的测定

6.11.1 钙盐含量的测定

6.11.1.1 原理

在酸性条件下,用草酸铵将试样中的钙以草酸钙形式沉淀,再用酸溶解,用高锰酸钾标准溶液滴定溶液中的草酸根离子。

6.11.1.2 试剂和溶液

- a) 盐酸。
- b) 氨水。
- c) 草酸溶液:100g/L。
- d) 草酸铵饱和溶液。
- e) 硫酸溶液:1+1。
- f) 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5\text{KMnO}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.11.1.3 仪器、设备

微量滴定管:分度值为 0.02 mL。

6.11.1.4 测定步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,加热溶解。加入 10 mL 盐酸,再用氨水调至略呈碱性,煮沸溶液,必要时过滤。用草酸溶液调至酸性再过量 10 mL,加热至沸,在剧烈搅拌下加入 10 mL 草酸铵溶液,在沸水浴上保温 1h 以上,冷却至室温,过滤。用水洗涤沉淀至无草酸为止(用间苯二酚试法进行检验),将洗液和滤液留作测定镁盐。用 10 mL 硫酸溶液溶解沉淀并用热水充分洗涤滤纸,将滤液与洗出液合并于 250 mL 锥形瓶中,用水稀释至 100 mL,加热至 60 °C,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈现粉红色并在 15 s 内不褪为止。

间苯二酚试法:在试管中加几滴滤液,加 2~3 滴稀硫酸和少量金属镁粉。当镁粉全部溶解后,再加约 0.1 g 间苯二酚,摇动直到溶解。冷却后小心沿管壁加入 3~4 滴浓硫酸。在两种液体的界面形成蓝色环。将下层硫酸加热时,则蓝色从界面向下扩展使硫酸层变蓝。

6.11.1.5 结果计算

钙盐含量以氧化钙(CaO)的质量分数 w_7 计,数值以 % 表示,按式(8)计算:

$$w_7 = \frac{VcM}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中:

V ——滴定所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 ——高锰酸钾标准溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——氧化钙($1/2\text{CaO}$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=28.04$)。

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0.02%。

6.11.2 镁盐含量的测定

6.11.2.1 原理

在碱性溶液中加入磷酸铵,与试液中的镁生成焦磷酸镁沉淀。将沉淀物过滤,灼烧、称量。

6.11.2.2 试剂和溶液

a) 磷酸铵溶液:100 g/L。

b) 氨水。

c) 氨水溶液:1+9。

d) 氨水溶液:1+99。

6.11.2.3 仪器设备

高温炉:温度能控制在 $(1\,000 \pm 5)^\circ\text{C}$ 。

6.11.2.4 测定步骤

将6.11.1.4的保留液用水稀释至400 mL,加40 mL磷酸铵溶液,在剧烈搅拌下滴加氨水至溶液呈碱性,再加入体积为溶液体积十分之一的氨水溶液(c),放置4h以上,过滤,用氨水(d)溶液充分洗涤沉淀,然后先用小火,再用高温炉在 $(1\,000 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下灼烧至质量恒定。

6.11.2.5 结果计算

镁盐含量以氧化镁(MgO)的质量分数 w_8 计,数值以%表示,按式(9)计算:

$$w_8 = \frac{0.362\,2m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

m_1 ——焦磷酸镁沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

0.362 2——将焦磷酸镁换算成氧化镁的系数。

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0.02%。

6.11.3 钙、镁盐含量的计算

钙镁盐含量以钙镁氧化物的质量分数 w_9 计,数值以%表示,按式(10)计算:

$$w_9 = w_7 + w_8 \quad \dots\dots\dots (10)$$

6.12 水不溶物含量的测定

6.12.1 方法提要

用水溶解高氯酸钾样品,真空抽滤后在 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘干至质量恒定。称量水不溶物质量,计算水不溶物含量。

6.12.2 仪器、设备

6.12.2.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径 $5\,\mu\text{m} \sim 15\,\mu\text{m}$;

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

6.12.3 分析步骤

称取约10 g试样,精确至0.01 g。置于400 mL烧杯中,加200 mL水,加热溶解。用已于 $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$

下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚真空抽滤,用热水洗至无氯离子为止(用硝酸银溶液检验),将玻璃砂坩埚于 $(105\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 烘干至质量恒定。

6.12.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_{10} 计,数值以%表示,按公式(11)计算:

$$w_{10} = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

m_1 ——水不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,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 %。

6.13 铁含量的测定

6.13.1 方法提要

试样溶解后,在酸性介质中,试样中的铁离子与加入的硫氰酸盐显色,用正丁醇萃取,所呈颜色与标准比色溶液进行目视比色。

6.13.2 试剂和溶液

6.13.2.1 盐酸。

6.13.2.2 硫氰酸钾溶液:30 g/L。

6.13.2.3 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.10 mg,此溶液用前配制。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.13.3 仪器

比色管:50 mL。

6.13.4 分析步骤

6.13.4.1 铁标准系列比色溶液的制备

用移液管向 5 支比色管中分别加入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 铁标准溶液,再分别加入约 25 mL 水、5 mL 盐酸。此铁标准系列比色溶液中铁的质量分别为 0 μg 、50 μg 、100 μg 、150 μg 、200 μg 。

6.13.4.2 试样溶液的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g。置于 100 mL 烧杯中,加约 25 mL 水,在电炉上加热溶解,取下冷却。加 5 mL 盐酸,全部转移至比色管中。

6.13.4.3 比色

分别在铁标准系列比色溶液和试样溶液中加入 10 mL 硫氰酸钾溶液,用 10 mL 正丁醇萃取,有机层与铁标准系列比色溶液比色。当试样溶液比色管中溶液的颜色比铁标准系列比色溶液中 0 μg 、100 μg 、150 μg 、200 μg 、250 μg 对应的一支比色管中溶液的颜色浅或二者颜色相同时,试样中铁质量分数分别是 0、小于或等于 0.002 %、小于或等于 0.003 %、小于或等于 0.004 %、小于或等于 0.005 %。

6.14 pH 值的测定

6.14.1 原理

用酸度计测定试样溶液的 pH 值。

6.14.2 仪器设备

酸度计,配有玻璃测量电极和甘汞参比电极或复合电极。

6.14.3 分析步骤

称取 $(2.00\pm 0.01)\text{g}$ 试样,置于 200 mL 烧杯中,加 100 mL 水,加热搅拌至溶解,用酸度计测定试液的 pH 值。

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 pH。

6.15 粒度的测定

6.15.1 仪器、设备

6.15.1.1 试验筛:GB/T 6003.1—1997 的 R40/3 系列, $\phi 200$ mm, 带有接料底盘和筛盖。

6.15.1.2 羊毛刷:6 号或 7 号板刷。

6.15.2 测定步骤

称取约 50 g 试样,精确至 0.01 g。将 425 μm 、180 μm 、150 μm 、75 μm 的试验筛按筛网孔径由大至小从上至下叠放,置于接料底盘上,将试样置于最上层并加筛盖,进行手摇筛分(筛分时筛网上若有粉球,可用羊毛刷轻按使其松散开)。称取各试验筛上的筛余物质量。

6.15.3 结果计算

粒度以试验筛通过率的质量分数 w_{11} 计,数值以 % 表示,按公式(12)计算:

$$w_{11} = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (12)$$

式中:

m_1 ——筛余物的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,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 0.2 %。

7 检验规则

7.1 本标准要求的 I 型产品检验分为出厂检验和型式检验,要求中规定的 II 型产品中所有项目均为出厂检验项目,应逐批进行检验。

7.1.1 表 1 中的全部项目为型式检验项目,在正常生产情况下,每月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,也应进行型式检验:

- a) 更换关键生产工艺。
- b) 主要原料有变化。
- c) 停产后恢复生产。
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异。

7.1.2 表 1 中高氯酸钾含量、水分、氯酸盐含量、氯化物含量、钠含量和粒度为出厂检验项目,应逐批进行检验。

7.2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一级别的高氯酸钾为一批,每批产品不超过 50 t。

7.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。每一包装为一包装单元。采样时,用采样器将产品表面拨开,在 10 cm 深处采样,从每个选取的包装单元中,取出不少于 50 g 的样品,将所采的样品混匀后按四分法缩分至约 500 g,立即装入两个清洁干燥带磨口塞的广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、型号、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

7.4 工业高氯酸钾应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的要求进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

7.5 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的采样单元数的包装中采样复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格品。

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

8 标志、标签

8.1 工业高氯酸钾包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、型号、净含量、批

号(或生产日期)和本标准编号,以及 GB 190—1990 中规定的“氧化剂”标志和 GB 191/T—2000 中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的工业高氯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、型号、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。

8.3 工业高氯酸钾的包装内应附有符合 GB 16483—2000 规定的《化学品安全技术说明书》,并在包装(包括外包装件)上加贴或者拴挂符合 GB 15258—1999 规定的《化学品安全标签》。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业高氯酸钾产品采用双层包装。外包装采用符合《铁路危险货物运输管理规则》、《汽车危险货物运输规则》及《水路危险货物运输规则》规定的包装材料。内包装采用双层聚乙烯塑料袋,包装时将袋内空气排净后,分别封口。

工业高氯酸钾产品的包装质量必须符合《危险货物运输包装通用技术条件》规定的性能试验和检验,包装应坚固完好,能抗御运输、储存和装卸过程中正常的冲击、振动和挤压,并便于装卸和搬运。每件净含量为 25 kg 或 50 kg。

9.2 工业高氯酸钾的运输应符合《铁路危险货物运输管理规则》、《汽车危险货物运输规则》及《水路危险货物运输规则》有关规定,运输过程中应有遮盖物,防止曝晒和雨淋,防止猛烈撞击。包装破损,不得倒置。禁止与还原剂、有机物、易燃物(如硫、磷、碳)或金属粉末等混运。装卸时要轻拿轻放,防止摩擦,严禁撞击。

9.3 工业高氯酸钾为强氧化剂,产品应贮存在通风良好,阴凉、干燥的库房内,防止曝晒,受潮,防撞击,远离易燃易爆物品,禁止与还原剂、有机物、易燃物(如硫、磷、碳)或金属粉末等同仓共贮。

9.4 在符合本标准贮存运输条件下,工业高氯酸钾产品保质期为五年。保质期满后,使用前应检验是否符合本标准的要求。

10 安全

工业高氯酸钾是强氧化剂,当它与还原剂、有机物、易燃物(如硫、磷、碳)或金属粉末等混合时可形成爆炸性混合物,急剧加热时可发生爆炸。在生产、运输、贮存和使用中需严格执行安全规程,防止事故发生。

附录 A

(资料性附录)

本标准与美国军用标准的技术性差异及其原因一览表

表 A.1 给出了本标准与美国军用标准 MIL—P—217A : 1962(1986 年确认)《高氯酸钾》(英文版)技术性差异及其原因。

表 A.1 本标准与 MIL—P—217A : 1962(1986 年确认)技术性差异及其原因一览表

本标准的章条编号	技术性差异	原因
4	对标准进行了类型、等级划分,并对产品的指标参数进行了适当调整。	本标准的主要适用范围为用于制造烟花爆竹、安全火柴、炸药、气象火箭、民用引火煤、氧化剂等非军用产品方面,类型、等级划分使标准的适用于不同的使用要求。
5.2	取消了产品的平均粒径的要求,试验筛筛网孔径由 177 μm 改为 180 μm 、149 μm 改为 150 μm 、74 μm 改为 75 μm 。	产品在使用过程中对产品的平均粒径的要求不高,规定产品的试验筛筛网通过率即可满足使用要求。筛网孔径的要求以国内目前国家标准中规定进行了调整。
5.2	Ⅱ型产品中取消了溴酸盐、钠、钙镁盐、铁、不溶物的要求。	Ⅱ型产品主要用于烟花爆竹、安全火柴、引火煤等,对溴酸盐、钠、钙镁盐、铁、不溶物含量基本没有要求。
6.4	对高氯酸钾含量的测定进行修改,取消了重量法。	重量法测定高氯酸钾含量,目前已经不常应用,且方法用时较长,不适用日常的分析检验。
6.6	对氯化物、氯酸盐含量的测定进行修改。	MIL—P—217A : 1962(1986 年确认)中氯化物、氯酸盐含量的测定采用重量法,国内目前常用的方法为汞量法和氧化-还原法。这两种方法与重量法相比,具有快速、准确的优点。
6.13	对铁含量的试验方法进行了修改。	修改后的方法快速、简便,更适合日常分析检验。

附 录 B
(资料性附录)

本标准与美国军用标准的结构性差异一览表

表 B.1 给出了本标准与美国军用标准 MIL—P—217A : 1962(1986 年确认)《高氯酸钾》(英文版)结构性差异。

表 B.1 本标准与美国军用标准 MIL—P—217A : 1962(1986 年确认)结构性差异一览表

本标准		MIL—P—217A : 1962(1986 年确认)	
章节	内容	章节	内容
前言	前言	—	—
1	范围	1	适用范围
—	—	2	参考文献
2	规范性引用文件	—	—
3	分子式、相对分子质量	—	—
4	分类	—	—
5	要求	3	技术要求
6	试验方法	4	试验方法及步骤
6.1	安全提示	—	—
6.2	一般规定	—	—
6.3	外观的判别	4.1	色泽
7	检验规则	—	—
8	标志、标签	—	—
9	包装、运输、贮存	5.1	包装
10	安全	—	—
—	—	6	附注

中华人民共和国

化工行业标准

工业高氯酸钾

HG 3247—2008

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京云浩印刷有限责任公司印装

880mm×1230mm 1/16 印张1 字数30千字

2008年9月北京第1版第1次印刷

书号:155025·0669

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:10.00元

版权所有 违者必究