



中华人民共和国国家标准

GB/T 36376—2018

太阳能熔盐(硝基型)

Solar molten salt(nitro type)

2018-06-07 发布

2019-01-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 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/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:青海联大化工科技有限公司、深圳市爱能森科技有限公司、淮安市产品质量监督检验所、中国科学院青海盐湖研究所、新疆硝石钾肥有限公司、青海爱能森新材料科技有限公司、潍坊昌盛硝盐有限公司、江西金利达钾业有限责任公司、交城县金兰化工有限公司、金钾科技有限公司、交城县并盛化工有限公司、江西腾达实业有限公司、宁夏润华储能新材料科技有限公司、中海油天津化工研究院有限公司。

本标准主要起草人:魏明、曾智勇、赵接红、李锦丽、余荣华、李浩、徐慧芬、牟邦志、赵晨、梁廷刚、蔺向光、赵家春、梁永祥、王燕、陆思伟、崔小敏、吴彬、王敏、荣大林、陈祖新、田野、李武平、廖小亮、朱建江。

太阳能熔盐(硝基型)

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

本标准规定了太阳能熔盐(硝基型)的要求、试验方法、检验规则和标志、标签、包装、运输和贮存。本标准适用于太阳能熔盐(硝基型),主要用作太阳能光热发电的聚热、储热介质。

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 常用化学危险品贮存通则

GB 19434 危险货物中型散装容器检验安全规范

GB/T 21057 无机化工产品中氟含量测定的通用方法 离子选择性电极法

GB/T 21781—2008 化学品的熔点及熔融范围试验方法 毛细管法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第 3 部分:试剂及制品的制备

3 分类

太阳能熔盐(硝基型)分两个类别:

——Ⅰ类产品使用温度 $t=250\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 530\text{ }^{\circ}\text{C}$,二元组分。

——Ⅱ类产品使用温度 $t=160\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 400\text{ }^{\circ}\text{C}$,Ⅰ型为三元组分,Ⅱ型为二元组分。

4 要求

4.1 外观:白色或略带黄色晶体。

4.2 太阳能熔盐(硝基型)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) $w/\%$	40±0.5		
硝酸钠(NaNO ₃)(干基) $w/\%$	60±0.5		
水分 $w/\%$ ≤	0.1	0.2	0.3
水不溶物 $w/\%$ ≤	0.03	0.05	0.10
氯化物(以 Cl 计) $w/\%$ ≤	0.01	0.03	0.05
氟化物(以 F 计) $w/\%$ ≤	0.003	0.004	0.005
钡离子沉淀物(以 SO ₄ 计) $w/\%$ ≤	0.08	0.10	0.12
亚硝酸盐(以 NO ₂ 计) $w/\%$ ≤	0.01	0.02	0.03
铵盐(以 NH ₄ 计) $w/\%$ ≤	0.01	0.03	0.04
钙(Ca) $w/\%$ ≤	0.001		
镁(Mg) $w/\%$ ≤	0.001		
钡(Ba) $w/\%$ ≤	0.001		
铁(Fe) $w/\%$ ≤	0.003		
锌(Zn) $w/\%$ ≤	0.001		
锰(Mn) $w/\%$ ≤	0.001		
铜(Cu) $w/\%$ ≤	0.001		
镉(Cd) $w/\%$ ≤	0.001		
铬(Cr) $w/\%$ ≤	0.001		
铅(Pb) $w/\%$ ≤	0.001		
分解温度/℃ ≥	575		
熔点/℃	210~230		
黏度(300 ℃)/(mPa·s)	2.95~3.26		
比热容(300 ℃)/[J/(g·K)]	1.30~1.50		
导热系数(300 ℃)/[W/(m·K)]	0.30~0.50		
密度(300 ℃)/(g/cm ³)	1.85~1.90		

表 2 II 类产品技术要求

项 目	指 标					
	I 型			II 型		
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
硝酸钾(KNO ₃)(干基)w/%	53±0.5			55±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			45±0.5		
水分 w/% ≤	0.1	0.2	0.3	0.1	0.2	0.3
水不溶物 w/% ≤	0.03	0.05	0.10	0.03	0.05	0.10
氯化物(以 Cl 计) w/% ≤	0.01	0.03	0.05	0.01	0.03	0.05
氟化物(以 F 计) w/% ≤	0.003	0.004	0.005	0.003	0.004	0.005
钡离子沉淀物(以 SO ₄ 计)w/% ≤	0.08	0.10	0.12	0.08	0.10	0.12
铵盐(以 NH ₄ 计)w/% ≤	0.01	0.03	0.04	0.01	0.03	0.04
钙(Ca)w/% ≤	0.001					
镁(Mg)w/% ≤	0.001					
钡(Ba)w/% ≤	0.001					
铁(Fe)w/% ≤	0.003					
锌(Zn)w/% ≤	0.001					
锰(Mn)w/% ≤	0.001					
铜(Cu)w/% ≤	0.001					
镉(Cd)w/% ≤	0.001					
铬(Cr)w/% ≤	0.001					
铅(Pb)w/% ≤	0.001					
分解温度/℃ ≥	450					
熔点/℃	141~145					
黏度(300 ℃)/(mPa·s)	2.95~3.12					
比热容(300 ℃)/[J/(g·K)]	1.30~1.50					
导热系数(300 ℃)/[W/(m·K)]	0.30~0.50					
密度(300 ℃)/(g/cm ³)	1.85~1.90					

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 之规定制备。

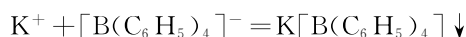
5.2 外观的判定

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

称取约 2.0 g~2.5 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 (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 20 mL~30 mL 水,滴加 1 滴~2 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 min~5 min(若加热过程溶液退色,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约 $45\text{ }^\circ\text{C}$,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,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{0.282\ 2(m_2 - m_1)}{m(V_2/V_1)(1 - w_4)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

0.282 2——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质量的数值,单位为克(g);
- m ——5.3.4.1 中试验溶液中所含样品的质量的数值,单位为克(g);
- V_2 ——5.3.4.2 中移取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_1 ——5.3.4.1 中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% 中减去硝酸钾质量分数、亚硝酸钠质量分数(Ⅱ类 I 型产品)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 $w_{\text{总}}$,按式(2)计算:

$$w_{\text{总}} = w_5 + w_6 + w_7 + w_8 + w_9 \dots\dots\dots (2)$$

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 5.10 测得的钡离子沉淀物(以 SO_4 计)的质量分数;
- w_8 ——按 5.11 测得的亚硝酸盐(以 NO_2 计)的质量分数;
- w_9 ——按 5.12 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,按式(3)计算:

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

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。

5.4.2.3 Ⅱ类 I 型产品硝酸钠含量以硝酸钠(NaNO_3)的质量分数 w_2 计,按式(4)计算:

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

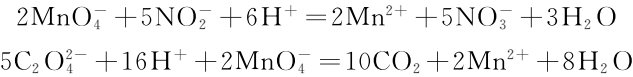
式中:

- 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。

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。按比例配制出硫酸溶液后,加热至 70 ℃左右,滴加高锰酸钾标准滴定溶液至溶液呈浅粉色为止,冷却。

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

5.5.2.3 草酸钠标准滴定溶液: $c(1/2 \text{ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。按下列方法进行配制、标定和计算:

- 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 [$c(1/2 \text{ Na}_2\text{C}_2\text{O}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$],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 65 ℃,继续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浓度的准确数值 c ,单位为摩尔每升(mol/L),按式(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 ——滴定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浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——标定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,用滴定管滴加约 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,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,按式(6)计算:

$$w_3 = \frac{(V_1c_1 - V_2c_2)M \times 10^{-3}}{m \times (V_4/V_3)(1 - w_4)} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

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浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——亚硝酸钠($1/2 \text{ NaNO}_2$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=34.50$);

m ——5.5.3.1 中试验溶液中所含样品的质量的数值,单位为克(g);

V_4 ——5.5.3.2 中移取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_3 ——5.5.3.1 中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。

5.6.3 试验数据处理

水分的质量分数 w_4 ,按式(7)计算:

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

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%。

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,加约 150 mL 水,加热至沸,使试样完全溶解。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

水不溶物含量的质量分数 w_5 ,按式(8)计算:

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

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、氟化物、钡离子沉淀物、亚硝酸盐、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 50 mL 水,加 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,再用硝酸溶液(1 mol/L)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 中从“加 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:

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

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

V_2 ——5.8.4.3 中移取试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——5.8.4.1 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%。

5.9 氟化物含量的测定

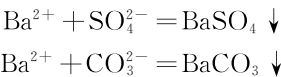
按 GB/T 21057 的规定进行测定。

5.10 钡离子沉淀物含量的测定

5.10.1 重量法(仲裁法)

5.10.1.1 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:



5.10.1.2 试剂或材料

- 5.10.1.2.1 氨水溶液:1+4。
- 5.10.1.2.2 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。
- 5.10.1.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。
- 5.10.1.2.4 无二氧化碳的水。

5.10.1.3 仪器设备

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

5.10.1.4 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,加 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 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。

5.10.1.5 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,按式(10)计算:

$$w_7 = \frac{0.411\ 5(m_0 - m_1)}{m(V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

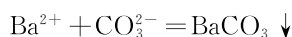
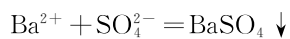
- 0.411 5——钡离子沉淀物换算为硫酸根的系数;
- m_0 ——灼烧至质量恒定后瓷坩埚和沉淀的质量的数值,单位为克(g);
- m_1 ——灼烧至质量恒定后瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);
- m ——5.8.4.1 中试验溶液 A 中所含样品的质量的数值,单位为克(g);
- V_2 ——5.10.1.4 中移取试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_1 ——5.8.4.1 试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL)。

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%。

5.10.2 目视比浊法

5.10.2.1 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:



5.10.2.2 试剂或材料

5.10.2.2.1 氨水溶液:1+4。

5.10.2.2.2 氯化钡溶液:100 g/L。

5.10.2.2.3 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。

5.10.2.2.4 无二氧化碳的水。

5.10.2.3 试验步骤

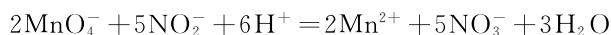
用移液管移取 5 mL(V_2)试验溶液 A(见 5.8.4.1),置于 100 mL 比色管中,加无二氧化碳的水至约 75 mL,加 1 mL 氨水溶液及 2 mL 氯化钡溶液,用无二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。所呈浊度与标准比浊溶液比较。

标准比浊溶液是取 8.00 mL(优等品)、10.00 mL(一等品)、12.00 mL(合格品)硫酸盐标准溶液,移入 100 mL 比色管中,加无二氧化碳的水至约 75 mL,与同体积的试验溶液同时同样处理。

5.11 亚硝酸盐含量的测定

5.11.1 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盐含量。其主要反应式如下:



5.11.2 试剂或材料

5.11.2.1 硫酸溶液:1+20。

5.11.2.2 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 25 mL 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。

5.11.3 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 5.8.4.1)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)。

5.11.4 试验数据处理

亚硝酸盐含量以亚硝酸根(NO_2)的质量分数 w_8 计,按式(11)计算:

$$w_8 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m \times (V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(11)$$

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($1/2 \text{ NO}_2$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=22.99$);
 m ——5.8.4.1 中试验溶液 A 中所含样品的质量的数值,单位为克(g);
 V_2 ——5.11.3 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 ——5.8.4.1 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%。

5.12 铵盐含量的测定

5.12.1 甲醛法(仲裁法)

5.12.1.1 原理

同 GB/T 3600—2000 第 3 章。

5.12.1.2 试剂或材料

同 GB/T 3600—2000 中 4.1。

5.12.1.3 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 250 mL 锥形瓶中。以下操作按 GB/T 3600—2000 中 4.3 从“加 1 滴甲基红指示液……”开始进行操作,同时进行空白试验。

5.12.1.4 试验数据处理

铵盐含量以铵(NH_4)的质量分数 w_9 计,按式(12)计算:

$$w_9 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m(V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(12)$$

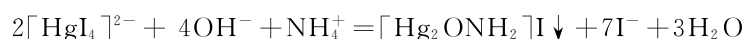
式中:

- 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(NH_4)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=18.03$);
 m ——5.8.4.1 中试验溶液 A 中所含样品的质量的数值,单位为克(g);
 V_2 ——5.12.1.3 中所移取试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);
 V_1 ——5.8.4.1 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%。

5.12.2 纳氏试剂比色法

5.12.2.1 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:



5.12.2.2 试剂或材料

5.12.2.2.1 氢氧化钠溶液:320 g/L。

5.12.2.2.2 纳氏试剂。

5.12.2.2.3 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。

5.12.2.3 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,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 1.00 mL(优等品)、3.00 mL(一等品)、4.00 mL(合格品)铵标准溶液,移入 100 mL 比色管中,加水至约 75 mL,与试验溶液同时同样处理。

5.13 钙、镁、钡、铁、锌、锰、铜、镉、铬、铅含量的测定

5.13.1 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。

5.13.2 试剂或材料

5.13.2.1 水:符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

5.13.2.2 硝酸溶液:1+4。

5.13.2.3 被测离子标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)、镁(Mg)、钡(Ba)、铁(Fe)、锌(Zn)、锰(Mn)、铜(Cu)、镉(Cd)、铬(Cr)、铅(Pb)各 0.1 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钙(Ca)、镁(Mg)、钡(Ba)、铁(Fe)、锌(Zn)、锰(Mn)、铜(Cu)、镉(Cd)、铬(Cr)、铅(Pb)标准溶液分别置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.13.2.4 被测离子标准混合溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)、镁(Mg)、钡(Ba)、铁(Fe)、锌(Zn)、锰(Mn)、铜(Cu)、镉(Cd)、铬(Cr)、铅(Pb)各 5 μg 。用移液管各移取 5 mL 钙(Ca)、镁(Mg)、钡(Ba)、铁(Fe)、锌(Zn)、锰(Mn)、铜(Cu)、镉(Cd)、铬(Cr)、铅(Pb)标准溶液,置于同一个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.13.3 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。

5.13.4 试验步骤

5.13.4.1 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,加约 150 mL 水,加热至沸,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。

5.13.4.2 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 5.13.4.1),各加入 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 被测离子标准混合溶液,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。以被测离子质量为横坐标,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。

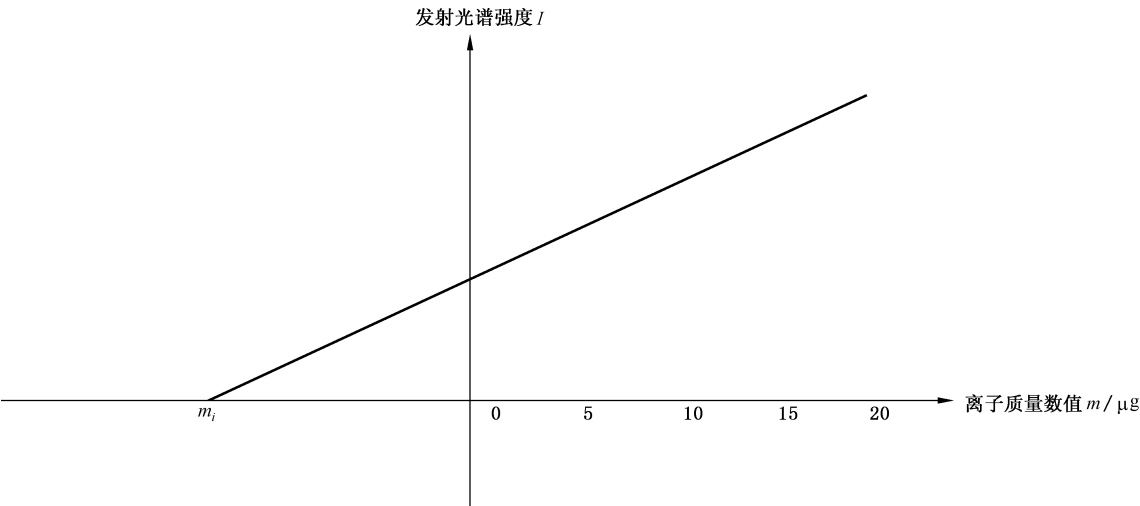


图 1 工作曲线图

5.13.5 试验数据处理

钙、镁、钡、铁、锌、锰、铜、镉、铬、铅含量以钙(Ca)、镁(Mg)、钡(Ba)、铁(Fe)、锌(Zn)、锰(Mn)、铜(Cu)、镉(Cd)、铬(Cr)、铅(Pb)的质量分数 w_{10} ,按式(13)计算:

$$w_{10} = \frac{m_i \times 10^{-6}}{m \times (V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中:

- m_i ——从工作曲线上查出的钙(Ca)、镁(Mg)、钡(Ba)、铁(Fe)、锌(Zn)、锰(Mn)、铜(Cu)、镉(Cd)、铬(Cr)、铅(Pb)的质量的数值,单位为微克(μg);
- m ——5.13.4.1 中试验溶液 B 中所含样品的质量的数值,单位为克(g);
- V_2 ——5.13.4.2 中所移取试验溶液 B 的体积的数值,单位为毫升(mL);
- V_1 ——5.13.4.1 中试验溶液 B 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,平行测定结果的相对偏差应不大于平均值的 10%。

5.14 熔点的测定

5.14.1 差热分析法(仲裁法)

5.14.1.1 原理

将样品和在所测定温度范围内不发生相变,且没有任何热效应产生的参比物,在相同的条件下进行等温加热或冷却,当样品发生相变时,在样品和参比物之间就产生一个温度差。放置于它们下面的一组差示热电偶即产生温差电势 $U_{\Delta T}$,经差热放大器放大后送入功率补偿放大器,功率补偿放大器自动调节

补偿加热丝的电流,使样品和参比物之间温差趋于零,两者温度始终维持相同。此补偿热量即为样品的热效应,以电功率形式显示于记录仪上。利用上述原理可以测定样品熔点和比热容。

5.14.1.2 仪器

5.14.1.2.1 差示扫描量热仪(DSC):仪器测量精度 $\pm 2\%$ 。

5.14.1.2.2 高温炉:温度能控制在 $300\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 310\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.14.1.3 试验步骤

5.14.1.3.1 试验样品 A 制备

取适量的样品,置于瓷坩埚中,在 $300\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 310\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下加热熔融,并保持 30 min 。在干燥环境下冷却后粉碎、研细,保存于干燥器中,此样品为试验样品 A,用于熔点、比热容、分解温度、导热系数和密度的测定。

5.14.1.3.2 试验

打开仪器,开通冷却水,仪器预热 30 min 。取 $3\text{ mg}\sim 5\text{ mg}$ 试验样品 A(见 5.14.1.3.1),置于洁净、干燥的仪器专用坩埚中,将装有样品的坩埚和用于做参比的空坩埚放入仪器的指定位置。通入保护气体(氮气或氩气),彻底排出炉腔内的空气。设置升温程序,按照 $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率由 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 升温至 $500\text{ }^{\circ}\text{C}$,仪器自动记录数据并绘制曲线(见示例图 2)。测试结束后,根据 DSC 曲线图确定样品的熔点。

示例:

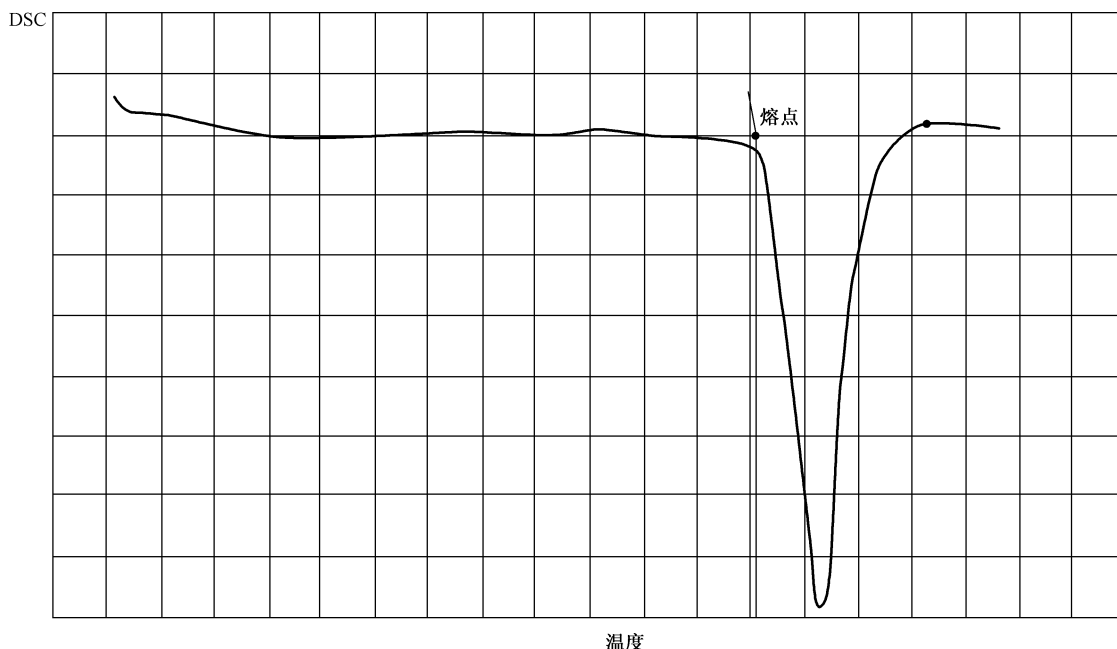


图 2 熔点曲线图

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差应不大于平均值的 10% 。

5.14.2 毛细管法

按 GB/T 21781—2008 第 5 章的规定进行测定。

5.15 比热容的测定

5.15.1 原理

将样品和在所测定温度范围内不发生相变且没有任何热效应产生的参比物,在相同的条件下进行等温加热或冷却,当样品发生相变时,在样品和参比物之间就产生一个温度差。放置于它们下面的一组差示热电偶即产生温差电势 $U_{\Delta T}$,经差热放大器放大后送入功率补偿放大器,功率补偿放大器自动调节补偿加热丝的电流,使样品和参比物之间温差趋于零,两者温度始终维持相同。此补偿热量即为样品的热效应,以电功率形式显示于记录仪上。利用上述原理可以测定样品比热容。

5.15.2 仪器设备

差示扫描量热仪(DSC):仪器测量精度 $\pm 2\%$ 。

5.15.3 试验步骤

5.15.3.1 基准曲线的绘制

打开仪器,开通冷却水,仪器预热 30 min。选取 2 个洁净、干燥的仪器专用坩埚,放入仪器中测试位置。通入保护气体(氮气或氩气),彻底排出炉腔内的空气。设置升温程序按照 $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率由 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 升温至 $500\text{ }^{\circ}\text{C}$,仪器自动记录数据并绘制基准曲线 I。

5.15.3.2 标样曲线的绘制

仪器冷却后,称取 $5\text{ mg}\sim 10\text{ mg}$ 标准物质(蓝宝石),置于洁净、干燥的仪器专用坩埚中,将装有样品的坩埚和用于做参比的空坩埚放入仪器的指定位置。通入保护气体,彻底排出炉腔内的空气。设置升温程序,按照 $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率由 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 升温至 $500\text{ }^{\circ}\text{C}$,仪器自动记录数据并绘制曲线 II。

5.15.3.3 样品曲线的绘制

仪器冷却后,用 $5\text{ mg}\sim 10\text{ mg}$ 试验样品 A(见 5.14.1.3.1)替代标准物质(蓝宝石),按 5.15.3.2 进行测定,仪器自动记录数据并绘制曲线 III。

测试结束后,根据基准曲线 I、标准物质(蓝宝石)曲线 II 和样品曲线 III(见示例图 3)计算样品的比热容。

示例:

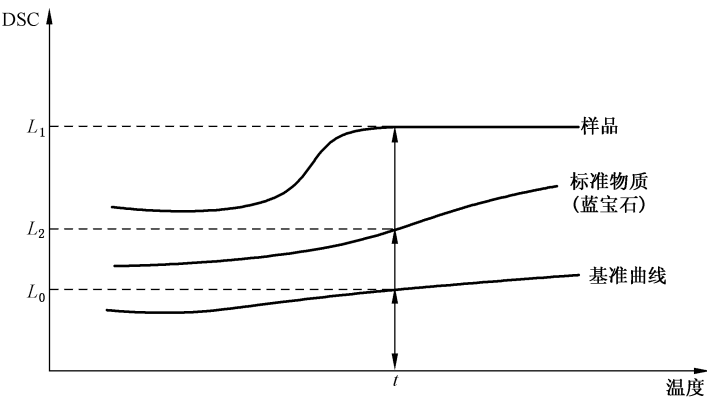


图 3 基准、标准物质、样品比热曲线图

5.15.4 试验数据处理

样品的比热容 c_p , 按式(14)计算:

$$c_p = [(L_1 - L_0)m_1 / (L_2 - L_0)m_2] \times c_{p1} \dots\dots\dots (14)$$

式中:

L_1 ——温度为 t 时样品曲线的 DSC 值;

L_0 ——温度为 t 时基准曲线的 DSC 值;

m_1 ——标准物质(蓝宝石)的质量的数值, 单位为克(g);

L_2 ——温度为 t 时标准物质(蓝宝石)曲线的 DSC 值;

m_2 ——5.15.3.3 中所用试验样品 A 的质量的数值, 单位为克(g);

c_{p1} ——标准物质(蓝宝石)的比热容, 单位为焦每克开[J/(g·K)]。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果, 平行测定结果的相对偏差应不大于平均值的 10%。

5.16 分解温度的测定

5.16.1 原理

利用热重法检测样品温度-质量变化关系。在程序控温下, 测量样品的质量随温度(或时间)的变化关系。当被测样品在加热过程中分解时, 被测的样品质量就会发生变化。样品质量变化所引起的天平位移量转化成电磁量, 微小的电磁量经过放大器放大后, 送入记录仪记录; 而电量的大小正比于样品的重量变化量。当被测物质在加热过程中分解时, 被测的物质质量就会发生变化。这时热重曲线就不是直线而是有所下降。通过分析热重曲线, 就可以知道被测样品在多少温度时产生变化。

5.16.2 仪器设备

热重分析仪(TGA): 仪器测量精度 $\pm 2\%$ 。

5.16.3 试验步骤

打开仪器, 开通冷却水, 仪器预热 30 min。取 5 mg~10 mg 试验样品 A(见 5.14.1.3.1), 置于洁净、干燥的仪器专用坩埚中, 将装有样品的坩埚放入仪器的指定位置。通入保护气体(氮气或氩气), 彻底排出炉腔内的空气。设置升温程序, 按照 10 °C/min~20 °C/min 的升温速率由 25 °C 升温至 800 °C, 仪器自动记录数据并绘制曲线(见示例图 4)。测试结束后, 根据曲线图确定样品的分解温度。

示例：

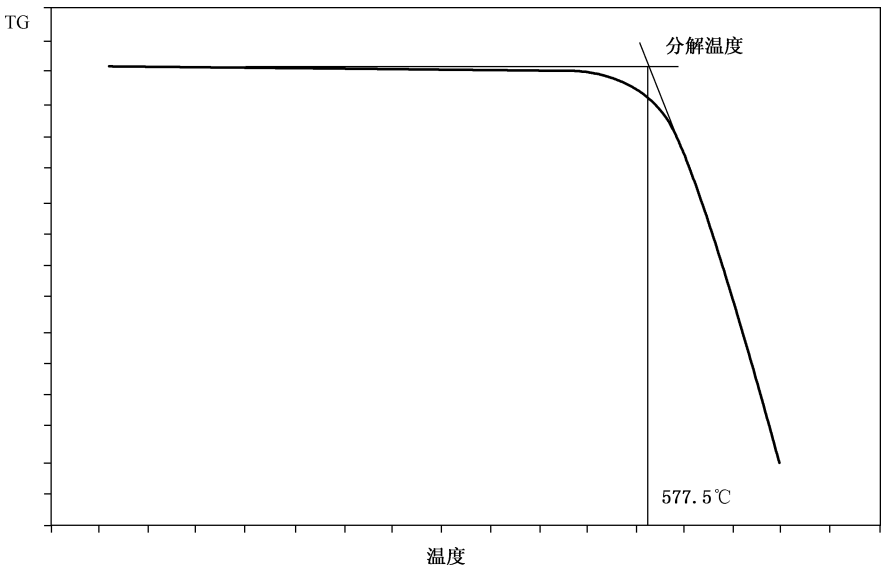


图 4 分解温度曲线图

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的相对偏差应不大于平均值的 10%。

5.17 黏度的测定

5.17.1 原理

在规定温度条件下，将测试探头浸入熔融的样品中，通过测试探头的转矩确定样品的黏度。

当测试探头和石墨坩埚的几何条件、吊丝尺寸和转速固定时，黏度只与吊丝扭角或扭矩即脉冲信号的时间差 Δt 成正比。表达式为：

$$\eta = K \cdot \Delta t$$

其中， K 为仪器常数。

5.17.2 仪器

旋转黏度计：黏度值 1 Pa·s~20 Pa·s 时，仪器测量精度为 ± 0.01 Pa·s。

5.17.3 操作步骤

打开仪器，开通冷却水，仪器预热 30 min。取一定量的试验样品 A(见 5.14.1.3.1)(样品量占坩埚容积 2/3 左右)，置于洁净、干燥的仪器专用坩埚中，将装有样品的坩埚放入仪器的指定位置。通入保护气体(氮气或氩气)，彻底排出炉腔内的空气。开启仪器加热程序，先升温至 280 °C(或 160 °C)，待样品完全熔融后，再将温度提升至 300 °C，保温一段时间(约 10 min~20 min)使样品温度与炉腔温度保持一致，然后测定该温度点对应的样品黏度。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的相对偏差应不大于平均值的 10%。

5.18 导热系数的测定

5.18.1 原理

使用激光脉冲均匀照射圆盘状试样的正面,通过记录样品背面的温度响应,可以得到样品的热物性。其物理模型为,初始条件为在恒定温度下,样品正面收到一个瞬间能量脉冲,根据样品的厚度、热量从正面传递到背面所需的特征时间函数,可以获得样品的热扩散系数;根据比较法获得被测样品的比热,然后根据密度值,计算得到样品的导热系数。

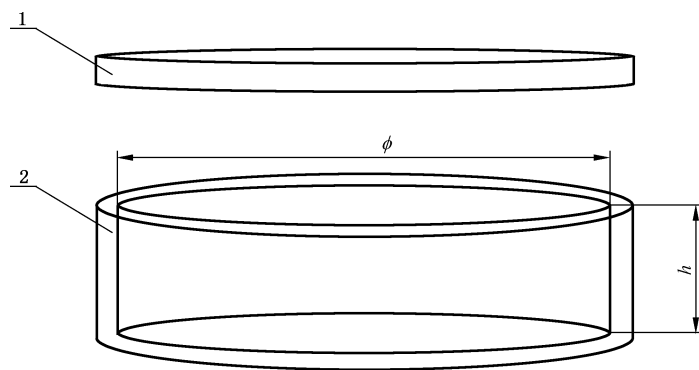
5.18.2 仪器设备

激光热扩散系数仪:仪器测量精度 $\pm 5\%$,配有真空加热炉及带盖的石墨坩埚($\phi = 6\text{ mm} \sim 25\text{ mm}$; $h = 0.1\text{ cm} \sim 0.6\text{ cm}$)(见图 5)。

5.18.3 试验步骤

5.18.3.1 测试样品的制备

取适量的试验样品 A(见 5.14.1.3.1)置于已准确测量直径 ϕ 及厚度 h 的石墨坩埚中,移至真空加热炉中,加热熔融后冷却,再补充添加试验样品 A(见 5.14.1.3.1),如此重复 3 次 $\sim$ 5 次,直至熔融后冷却的测试样品充满石墨坩埚。



说明:

1——石墨坩埚盖;

2——石墨坩埚。

图 5 带盖的石墨坩埚

5.18.3.2 试验

将充满试验样品的石墨坩埚加盖后装入仪器的样品支架中,调整石墨坩埚与脉冲激光同轴。通入保护气体(氮气或氩气),彻底排出仪器中的空气。开启仪器加热程序,将温度提升至 $300\text{ }^{\circ}\text{C}$,保温一段时间(约 $10\text{ min} \sim 20\text{ min}$)使样品温度与炉腔温度保持一致,然后开始进行脉冲辐射,仪器自动记录相应的数据并绘制特征温度曲线图(见示例图 6),根据特征温度曲线计算样品的热扩散系数及导热系数。

示例：

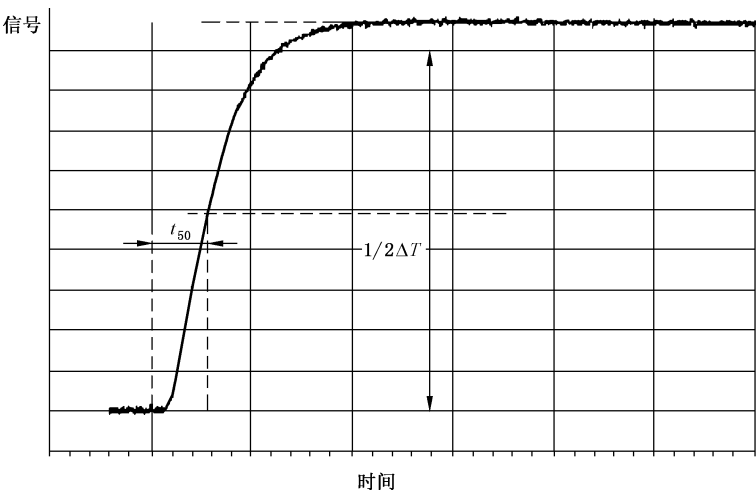


图 6 特征温度曲线图

5.18.4 试验数据处理

样品的热扩散系数 α ,按式(15)计算：

$$\alpha = 0.138\ 79h^2/t_{50} \dots\dots\dots(15)$$

式中：

0.138 79——换算因子；

h ——石墨坩埚的高度,单位为厘米(cm)；

t_{50} ——从起始脉冲开始到试样背面温度升至最高所需的一半时间,单位为秒(s)。

样品的导热系数 λ ,按式(16)计算：

$$\lambda = \alpha c_p \rho \times 10^2 \dots\dots\dots(16)$$

式中：

α ——样品的热扩散系数,单位为平方厘米每秒(cm^2/s)；

c_p ——样品的比热容,单位为焦每克开[$\text{J}/(\text{g} \cdot \text{K})$]；

ρ ——样品的密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的相对偏差应不大于平均值的 10%。

5.19 密度的测定

5.19.1 原理

样品在一定温度下熔化后,根据样品的质量与体积的比值确定其熔融状态下密度。

5.19.2 仪器

5.19.2.1 通用卡尺。

5.19.2.2 熔体物性检测仪:仪器测量精度 $\pm 1\%$ 。

5.19.3 试验步骤

打开仪器,开通冷却水,仪器预热约 30 min。取一个洁净、干燥的仪器专用坩埚,用通用卡尺准确

测量坩埚的内径 d , 并准确称量坩埚的质量 m_1 , 精确至 0.1 mg。取一定量的试验样品 A (见 5.14.1.3.1) (样品量占坩埚容积 2/3 左右), 置于仪器专用坩埚中, 将装有样品的坩埚放入仪器中的指定位置。通入保护气体(氮气或氩气), 彻底排出炉腔内的空气。开启仪器加热程序, 升温至 280 °C, 待样品完全熔化后, 将温度提升至 300 °C, 保温一段时间(约 10 min~20 min)使样品温度与炉腔温度保持一致, 使用仪器测试探头探测样品液面高度(h), 读取仪器所显示的试验样品 A 和坩埚质量 m_2 。

5.19.4 试验数据处理

300 °C 时的密度 ρ , 按式(17)计算:

$$\rho = (m_2 - m_1) / [\pi(d/2)^2 h] \quad \dots\dots\dots (17)$$

式中:

m_2 ——5.19.3 中所取试验样品 A 和坩埚的质量数值, 单位为克(g);

m_1 ——坩埚的质量数值, 单位为克(g);

d ——坩埚的内径, 单位为厘米(cm);

h ——样品熔融后的液面高度, 单位为厘米(cm)。

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:

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) 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、亚硝酸盐、铵盐、钙、镁、钡、铁含量;
- II 类 I 型产品中硝酸钾、硝酸钠、亚硝酸钠、水分、水不溶物、氯化物、钡离子沉淀物、铵盐、钙、镁、钡、铁含量;
- II 类 II 型产品中硝酸钾、亚硝酸钠、水分、水不溶物、氯化物、钡离子沉淀物、铵盐、钙、镁、钡、铁含量。

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规格的太阳能熔盐(硝基型)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。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准要求时, 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标准的要求时, 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 太阳能熔盐(硝基型)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、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及 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。

7.2 每批出厂的太阳能熔盐(硝基型)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、本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 太阳能熔盐(硝基型)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。太阳能熔盐(硝基型)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 规定。

8.2 太阳能熔盐(硝基型)运输应符合《铁路危险货物运输安全监督管理规定》《道路危险货物运输管理规定》及《水路危险货物运输规则》的有关规定。运输过程中应有遮盖物,防止包装损坏,防止雨淋、受潮。

8.3 太阳能熔盐(硝基型)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。

8.4 太阳能熔盐(硝基型)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 $DL/(\mu\text{g/mL})$	主要光谱干扰	备注 [制剂限度/ $(\mu\text{g/mL})$]
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	钡	Ba	<u>455.40</u>	0.000 2		
4	铁	Fe	238.20 239.56 <u>259.94</u>	0.002 0.002 0.002		130
5	锌	Zn	202.55 206.19 <u>213.86</u>	0.002 0.003 0.005	Mg, Cu Cr, Bi Ni, V	130
6	锰	Mn	<u>257.61</u> 259.37	0.000 5 0.000 8	Fe, Mo, Nb, Ta	25
7	铜	Cu	<u>324.75</u> 224.70 327.40	0.002 0.004 0.005		25
8	镉	Cd	214.44 228.80 <u>226.50</u>	0.002 0.002 0.003	Pt As Ni	0.5 ^b
9	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
10	铅	Pb ^a	<u>220.35</u>	0.03	Pd, Sn	1 ^b
注：波长下划横线者为最佳波长。						
^a 该元素可用氢化法测定,其检出限比表中列出的检出限低 100 倍~200 倍。						
^b USP 评判标准。						