



中华人民共和国国家标准

GB/T 647—2011
代替 GB/T 647—1993

化学试剂 硝酸钾

Chemical reagent—Potassium nitrate

(ISO 6353-3:1987, Reagents for chemical analysis—
Part 3: Specifications—Second series, NEQ)

2011-05-12 发布

2011-12-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准与 ISO 6353-3:1987《化学分析试剂 第3部分:规格 第2系列》中 R84“硝酸钾”的一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 647—1993《化学试剂 硝酸钾》,与 GB/T 647—1993 相比主要变化如下:

- 澄清度试验的规格由“合格”调整为“2号”、“3号”、“5号”(1993年版的3.3,本版的第4章);
- 重金属的测定增加了硫化钠-丙三醇比色法(1993年版的4.3.13,本版的5.16);
- 修改了包装及标志(1993年版第6章,本版的第7章)。

本标准的附录 A 为规范性附录。

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化学试剂分会(SAC/TC 63/SC 3)归口。

本标准起草单位:广东光华化学厂有限公司。

本标准参加起草单位:广东省汕头市质量计量监督检测所。

本标准主要起草人:张志斌、张明春、郑少筠、陈敏。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 647—1965、GB/T 647—1977、GB/T 647—1993。

化学试剂 硝酸钾

警告:本标准规定的一些试验过程可能导致危险情况,使用者有责任采取适当的安全和健康措施。

分子式: KNO_3

相对分子质量:101.10(根据2007年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂中硝酸钾的性状、规格、试验、检验规则和包装及标志。

本标准适用于化学试剂中硝酸钾的检验。

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/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 9723—2007 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则(GB/T 9724—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9727 化学试剂 磷酸盐测定通用方法(GB/T 9727—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(GB/T 9728—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9729 化学试剂 氯化物测定通用方法(GB/T 9729—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9732 化学试剂 铵测定通用方法(GB/T 9732—2007,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9735 化学试剂 重金属测定通用方法(GB/T 9735—2008,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法(GB/T 9738—2008,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 9739 化学试剂 铁测定通用方法(GB/T 9739—2006,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB 15258 化学品安全标签编写规定

GB 15346 化学试剂 包装及标志

HG/T 3484 化学试剂 标准玻璃乳浊液和澄清度标准

HG/T 3921 化学试剂 采样及验收规则

3 性状

本试剂为无色透明结晶,在潮湿空气中微潮解,溶于水,不溶于乙醇,与有机物质等接触即燃烧或爆炸。

4 规格

硝酸钾的规格见表1。

表 1

名 称	优 级 纯	分 析 纯	化 学 纯
含量(KNO ₃), w/%	≥99.0	≥99.0	≥98.5
pH 值(50 g/L, 25 ℃)	5.0~8.0	5.0~8.0	5.0~8.0
澄清度试验/号	≤2	≤3	≤5
水不溶物, w/%	≤0.002	≤0.004	≤0.006
总氯量(以 Cl 计), w/%	≤0.001 5	≤0.003	≤0.005
碘酸盐(IO ₃), w/%	≤0.000 5	≤0.000 5	≤0.002
硫酸盐(SO ₄), w/%	≤0.002	≤0.003	≤0.01
亚硝酸盐(NO ₂), w/%	≤0.001	≤0.001	≤0.002
铵(NH ₄), w/%	≤0.001	≤0.001	≤0.005
磷酸盐(PO ₄), w/%	≤0.000 5	≤0.000 5	≤0.001
钠(Na), w/%	≤0.02	≤0.02	≤0.05
镁(Mg), w/%	≤0.001	≤0.002	≤0.004
钙(Ca), w/%	≤0.001	≤0.004	≤0.006
铁(Fe), w/%	≤0.000 1	≤0.000 2	≤0.000 5
重金属(以 Pb 计), w/%	≤0.000 3	≤0.000 5	≤0.001

5 试验

5.1 一般规定

本章中除另有规定外,所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备,实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格,样品均按精确至 0.01 g 称量,所用溶液以“%”表示的均为质量分数。

5.2 含量

称取 0.3 g 样品,精确至 0.000 1 g,溶于 20 mL 水中,注入强酸性阳离子交换树脂柱(处理及再生方法见附录 A),以 5 mL/min 的流量进行交换,交换液收集于锥形瓶中,用水洗涤交换树脂柱,洗至滴下溶液呈中性,收集交换液及洗涤液,加 2 滴甲基红指示液(1 g/L),用氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈黄色。同时做空白试验。

硝酸钾的质量分数 w ,数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times M}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_1 ——氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,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 ——硝酸钾摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) [$M(\text{KNO}_3) = 101.1$];

m ——样品质量的数值,单位为克(g)。

5.3 pH 值

按 GB/T 9724 的规定测定。

5.4 澄清度试验

称取 20 g 样品,溶于 100 mL 水中,其浊度不得大于 HG/T 3484 规定的下列澄清度标准:

优级纯·····2号;
 分析纯·····3号;
 化学纯·····5号。

5.5 水不溶物

称取 50 g 样品,溶于 200 mL 沸水中,冷却至室温,按 GB/T 9738 的规定测定。

5.6 总氯量

称取 1 g 样品,置于镍坩埚中,缓缓加热至 400 °C,使其完全分解,于 700 °C 灼烧 15 min,冷却,残渣溶于 15 mL 水中(必要时过滤),稀释至 20 mL,按 GB/T 9729 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取含下列数量的氯化物标准溶液:

优级纯·····0.015 mg Cl;
 分析纯·····0.030 mg Cl;
 化学纯·····0.050 mg Cl。

稀释至 20 mL,与同体积试液同时同样处理。

5.7 碘酸盐

称取 1 g 样品,溶于 25 mL 水中,加 0.5 g 氯化铵,煮沸 5 min,冷却,稀释至 25 mL,加 0.1 mL 淀粉指示液(10 g/L)、1 mL 新制备的碘化钾溶液(20 g/L)及 0.5 mL 硫酸溶液(20%),摇匀。2 min 内溶液所呈蓝色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取 1 g 不含碘酸盐的硝酸钾(采用同样的方法测定,不应呈现蓝色)及含下列数量的碘酸盐标准溶液:

优级纯、分析纯·····0.005 mg IO_3^- ;
 化学纯·····0.020 mg IO_3^- 。

与样品同时同样处理。

5.8 硫酸盐

称取 0.5 g 样品,溶于 5 mL 水中,加 5 mL 盐酸,在水浴上蒸干,加 5 mL 水及 2.5 mL 盐酸,再蒸干。残渣溶于 15 mL 水中(必要时过滤),稀释至 20 mL,加 0.5 mL 盐酸溶液(20%)酸化后,按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取 7.5 mL 盐酸及含下列数量的硫酸盐标准溶液:

优级纯·····0.010 mg SO_4^{2-} ;
 分析纯·····0.015 mg SO_4^{2-} ;
 化学纯·····0.050 mg SO_4^{2-} 。

在水浴上蒸干,残渣溶于 15 mL 水,与同体积试液同时同样处理。

5.9 亚硝酸盐

称取 1 g 样品,溶于 40 mL 水中,加 1 mL 葛利斯试剂,放置 10 min。溶液所呈粉红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的亚硝酸盐标准溶液:

优级纯、分析纯·····0.01 mg NO_2^- ;
 化学纯·····0.02 mg NO_2^- 。

与样品同时同样处理。

5.10 铵

称取 1 g 样品,溶于水,稀释至 75 mL 后,按 GB/T 9732 的规定测定。溶液所呈黄色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铵标准溶液:

优级纯、分析纯·····0.01 mg NH_4 ;
化学纯·····0.05 mg NH_4 。

与样品同时同样处理。

5.11 磷酸盐

称取 2 g 样品,溶于 5 mL 水中,加 2 滴饱和 2,4-二硝基酚指示液,滴加硝酸溶液(13%)至黄色刚刚消失,稀释至 10 mL,按 GB/T 9727 的规定测定。有机相所呈蓝色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的磷酸盐标准溶液:

优级纯、分析纯·····0.01 mg PO_4 ;
化学纯·····0.02 mg PO_4 。

与样品同时同样处理。

5.12 钠

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.12.1 仪器条件

光源:钠空心阴极灯;
波长:589.0 nm;
火焰:乙炔-空气。

5.12.2 测定方法

称取 1 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 10 mL(化学纯取 5 mL),共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.13 镁

按 GB/T 9723—2007 的规定测定。

5.13.1 仪器条件

光源:镁空心阴极灯;
波长:285.2 nm;
火焰:乙炔-空气。

5.13.2 测定方法

称取 3 g 样品,溶于水,稀释至 100 mL。取 10 mL(化学纯取 5 mL),共 4 份。按 GB/T 9723—2007 中 7.2.2 的规定测定,结果按 7.2.3 的规定计算。

5.14 钙

称取 0.5 g(优级纯取 1 g)样品,溶于水,稀释至 50 mL。取 10 mL,加 10 mL“乙醇(95%)”、0.5 mL 混合碱及 1 mL 乙二醛缩双邻氨基酚乙醇溶液(2 g/L),摇匀,放置 5 min,用 5 mL 三氯甲烷萃取(温度不超过 30℃),立即比色。有机相所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的钙标准溶液:

优级纯·····0.002 mg Ca;
分析纯·····0.004 mg Ca;
化学纯·····0.006 mg Ca。

稀释至 10 mL,与同体积样品溶液同时同样处理。

5.15 铁

称取 2 g 样品,溶于 15 mL 水中,用盐酸溶液(15%)调节溶液的 pH 值至 2 后,按 GB/T 9739 的规定测定。溶液所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铁标准溶液:

优级纯·····0.002 mg Fe;
分析纯·····0.004 mg Fe;
化学纯·····0.010 mg Fe。

与样品同时同样处理。

5.16 重金属

称取 4 g 样品,溶于 20 mL 水后,按 GB/T 9735 的规定测定。溶液所呈暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铅标准溶液:

优级纯.....0.012 mg Pb;

分析纯.....0.020 mg Pb;

化学纯.....0.040 mg Pb。

与样品同时同样处理。

6 检验规则

按 HG/T 3921 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输,并给出标志,其中:

包装单位:第 4、5 类;

内包装形式:NB-4、NBY-4、NB-5、NBY-5、NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15;

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4;

外包装形式:WB-1、WB-2、WB-3;

标签:符合 GB 15258 的规定,注明“氧化剂”。

附 录 A
(规范性附录)

强酸性阳离子交换树脂的处理及再生方法

A.1 仪器

- A.1.1 交换柱材料:玻璃管或聚乙烯管。
- A.1.2 交换柱内径:10 mm~20 mm。
- A.1.3 树脂床高度:约 400 mm(膨胀后树脂体积占交换柱高度的 2/3)。
- A.1.4 树脂颗粒度:0.2 mm~0.8 mm。

A.2 处理方法

取适量的强酸性阳离子交换树脂于烧杯中(干树脂,应先用饱和氯化钠溶液浸泡,再逐步稀释氯化钠溶液,以免树脂膨胀而破碎),用水漂洗至澄清后,加水浸泡 12 h~24 h,使其充分膨胀。排去水后,加入“乙醇(95%)”浸泡 24 h。用水洗至无醇味后,加入盐酸溶液(1+3)浸泡 2 h~3 h,用水洗至中性,加入氢氧化钠溶液(100 g/L),浸泡 2 h~3 h,用水洗至中性,再用盐酸溶液(1+3)漂洗,并浸泡 24 h,经常搅拌。用盐酸溶液(1+3)漂洗 3 次。

将经上述处理的树脂装入交换柱中,用 400 mL 盐酸溶液(1+3)以 10 mL/min 的流量洗涤树脂,再用水洗至洗液呈中性。用水浸泡,备用。

A.3 再生方法

将失效的强酸性阳离子交换树脂移入烧杯中,用盐酸溶液(1+3)漂洗 3 次,并浸泡 24 h,经常搅拌。将盐酸溶液排尽,再用盐酸溶液(1+3)漂洗 3 次。

将经上述处理的树脂装入交换柱,用 400 mL 盐酸溶液(1+3)以 10 mL/min 的流量洗涤树脂,再用水洗至滴下溶液呈中性。用水浸泡,备用。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
化 学 试 剂 硝 酸 钾
GB/T 647—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

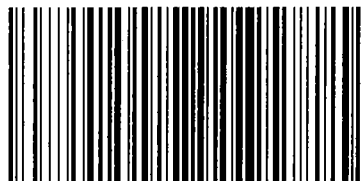
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字
2011年8月第一版 2011年8月第一次印刷

*

书号: 155066·1-43256 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 647-2011