



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 2946—XXXX  
代替 GB/T 2946-2018

## 氯化铵

Ammonium chloride

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX – XX – XX 发布

XXXX – XX – XX 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 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。

本文件代替GB/T 2946—2018《氯化铵》，与GB/T 2946—2018相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 增加了“术语和定义”章（见第3章）；
- 更改了工业用氯化铵的技术要求（见表1，2018年版的表1）；
- 更改了农业用氯化铵的技术要求（见表2，2018年版的表2）；
- 增加了产品中有毒有害物质的限量要求（见5.3）；
- 更改了要素“采样方案”为“取样”（见第6章，2018年版的6.3）；
- 更改了有毒有害物质的测定方法（见7.13，2018年版的5.13）；
- 增加了氯化铵（氮含量）的试验方法，定氮仪法（见附录C）；
- 更改了要素“标识”为“标识和质量证明书”（见第9章，2018年版的第8章）；

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。

本文件由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会（SAC/TC105）归口。

本文件起草单位：上海化工研究院有限公司、湖北宜化精磷科技有限公司、五洲丰农业科技有限公司、金钾科技有限公司、湖南美奥钾业有限责任公司、湖北三环科技股份有限公司、应城市新都化工有限责任公司、山西金兰化工股份有限公司、河南金大地化工有限责任公司、上海化工院检测有限公司。

本文件主要起草人：颜坤、房朋、兰正伟、赵晨、赵淑婷、段路路、熊佳义、朱国梁、鲁强、熊彰、闫建东、霍小勇、望铨骞、李庆锋、田野、董文林、陈刚应、欧松等。

本文件所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2008年首次发布为GB/T 2946—2008，2018年进行第一次修订；
- 本次为第二次修订。

# 氯化铵

## 1 范围

本文件规定了工业用氯化铵、农业用氯化铵的产品分类、要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输和贮存。

本文件适用于采用各种工艺生产的作为肥料的农业用氯化铵和用于干电池、电镀、染纺、精密铸造等方面的工业用氯化铵。

分子式： $\text{NH}_4\text{Cl}$

相对分子质量：53.49(按2022年国际原子量)

## 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/T 3600 肥料中氨态氮含量的测定 甲醛法
- GB/T 6679 固体化工产品采样通则
- GB/T 6682 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/T 8569 固体化学肥料包装
- GB/T 8572 复混肥料中总氮含量的测定 蒸馏后滴定法
- GB/T 8577 复混肥料中游离水含量的测定 卡尔·费休法
- GB/T 10209.4 磷酸一铵、磷酸二铵的测定方法 第4部分：粒度
- GB/T 22923 肥料中氮、磷、钾的自动分析仪测定法
- GB 18382 肥料标识 内容和要求
- GB/T 23349 肥料中砷、镉、铅、铬、汞含量的测定
- GB 38400 肥料中有毒有害物质的限量要求
- HG/T 2843 化肥产品 化学分析常用标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 产品分类

分为工业用氯化铵和农业用氯化铵两类。

## 5 要求

### 5.1 外观：白色结晶或颗粒状产品。



表3 最少采样袋数的确定

总袋数	最少采样袋数	总袋数	最少采样袋数
1~10	全部袋数	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17		

按表3或式（1）计算结果随机抽取一定袋数，用取样器沿每袋最长对角线插入至袋的3/4处，取出不少于100 g样品，每批采取总样品量不少于2 kg。

6.2 散装产品

散装产品及吨包装产品按GB/T 6679的规定进行。

6.3 样品缩分

将采取样品迅速混匀，用缩分器或四分法将粒状样品缩分至约1 kg、粉状样品缩分至约0.5 kg。分装于两个洁净、干燥的500 mL或250 mL具有磨口塞的广口瓶或聚乙烯瓶中。密封并贴上标签，注明生产企业名称、产品名称、批号、取样日期、取样人姓名。一瓶作产品质量分析，另一瓶保存三个月，以备查用。

6.4 粒状农业用氯化铵试样制备

取6.3中一瓶样品，经多次缩分后取出约100 g样品，迅速研磨至全部通过1.00 mm孔径筛，混合均匀，置于洁净、干燥的样品瓶中密封，供成分分析用，余下样品供粒度、颗粒平均抗压碎力测定用。

7 试验方法

7.1 一般规定

本文件中所使用的水，在未说明规格时，其pH值范围和电导率应符合GB/T 6682中的三级水规格；本文件中所用的试剂，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂；本文件中所用的标准滴定溶液、标准溶液、试剂溶液和指示剂溶液，在未说明配制方法时，均按HG/T 2843配制。

7.2 外观

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

7.3 氯化铵（氮含量）的测定

7.3.1 蒸馏后滴定法（仲裁法）

按附录A进行。

7.3.2 甲醛法

按附录B进行。

### 7.3.3 定氮仪法

按附录C进行。

## 7.4 水分的测定

### 7.4.1 卡尔·费休法(仲裁法)

按GB/T 8577进行。

### 7.4.2 干燥法

按附录D进行。

## 7.5 灼烧残渣的测定 重量法

按附录E进行。

## 7.6 铁含量的测定 邻菲啰啉分光光度法

按附录F进行。

## 7.7 重金属含量的测定 目视比浊法

按附录G进行。

## 7.8 硫酸盐含量的测定 目视比浊法

按附录H进行。

## 7.9 钠含量的测定

### 7.9.1 火焰光度法(仲裁法)

按附录I进行。

### 7.9.2 汞量法

按附录J进行。

## 7.10 pH值的测定 酸度计法

按附录K进行。

## 7.11 粒度的测定 筛分法

选用2.00 mm和4.75 mm的试验筛，其余按GB/T 10209.4中的相应条款进行。

## 7.12 颗粒平均抗压碎力的测定 强度仪法

按附录L进行。

## 7.13 有毒有害物质的测定

按GB 38400的规定进行。

## 8 检验规则

### 8.1 检验类别及检验项目

工业用氯化铵产品5.1和表1中的全部检验项目均为出厂检验项目；农业用氯化铵产品5.1和表2中的全部项目为出厂检验项目，5.1、表2和5.3的全部项目均为型式检验项目。在有下列情况之一时进行型式检验：

- 新产品或者产品转厂生产的试制定型鉴定时；
- 正式生产后，如原材料、工艺有较大改变，可能影响产品质量指标时；
- 长期停产后恢复生产时；
- 正常生产，按周期进行型式检验，每六个月至少检验一次；
- 农业用氯化铵产品5.3中的有毒有害物质缩二脲每六个月至少检验一次，其他有毒有害物质含量每两年至少检验一次；
- 政府监管部门提出进行型式检验要求时。

### 8.2 组批

产品按批检验，以一天生产的产量为一批，最大批量为1000 t。

### 8.3 结果判定

8.3.1 本文件中产品质量指标合格判定，采用 GB/T 8170 中的“修约值比较法”。

8.3.2 生产企业按本文件要求进行出厂检验和型式检验。检验项目全部符合本文件要求时，判该批产品合格。

8.3.3 出厂检验时，如果检验结果中有一项指标不符合本文件要求时，应重新自二倍量的包装袋中采取样品进行检验，重新检验结果中，即使有一项指标不符合本文件要求，判该批产品不合格。

## 9 标识和质量证明书

9.1 应在产品包装容器正面标明产品类别和等级（如工业用优等品，农业用优等品，工业用一等品，农业用一等品，工业用合格品，农业用合格品），应标明主要成分或养分含量。

9.2 每袋净含量应标明单一数值。

9.3 每批检验合格的出厂产品应附有质量证明书，其内容包括：生产企业名称、地址、产品名称、产品类别、产品等级、批号或生产日期、产品净含量、氯化铵含量或氮含量和本文件编号。

9.4 农业用氯化铵其余标识执行 GB 18382。

## 10 包装、运输和贮存

10.1 产品用符合 GB/T 8569 中规定的材料进行包装，宜使用经济实用型包装。

10.2 产品每袋净含量（1000±10）kg、（50±0.5）kg、（40±0.4）kg、（25±0.25）kg，平均每袋净含量分别不应低于 1000.0 kg、50.0 kg、40.0 kg、25.0 kg。也可采用供需双方合同约定的其它包装规格。

10.3 产品应贮存于阴凉干燥处，在运输过程中应防雨、防潮、防晒、防破裂。

## 附录 A

(规范性)

## 氯化铵(氮含量)的测定 蒸馏后滴定法

## A.1 测定

按GB/T 8572进行,其中试样处理与蒸馏按仅含铵态氮的试样步骤操作。

## A.2 分析结果的表示

A.2.1 氯化铵含量(以干基计)  $x_1$ ,数值以质量分数(%)表示,按式(A.1)计算:

$$x_1 = \frac{c_1(V_1 - V_2) \times 0.05349}{m(1 - x_3)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- $c_1$  ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);  
 $V_1$  ——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);  
 $V_2$  ——测定试样溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);  
 $m$  ——试样质量的数值,单位为克(g);  
 $x_3$  ——试样水分的质量分数,以(%)表示;  
 0.053 49 ——氯化铵的毫摩尔质量的数值,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

A.2.2 氮含量(以干基计)  $x_2$ ,数值以质量分数(%)表示,按式(A.2)计算:

$$x_2 = \frac{c_1(V_1 - V_2) \times 0.01401}{m(1 - x_3)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

- $c_1$  ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);  
 $V_1$  ——空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);  
 $V_2$  ——测定试样溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);  
 $m$  ——试样质量的数值,单位为克(g);  
 $x_3$  ——试样的水分,单位为质量分数(%);  
 0.014 01 ——氮的毫摩尔质量的数值,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

## A.3 允许差

平行测定结果的绝对差值,以氯化铵计不大于0.20%;以氮计不大于0.05%。

不同实验室测定结果的绝对差值,以氯化铵计不大于0.30%;以氮计不大于0.08%。



## 附录 B

(规范性)

## 氯化铵(氮含量)的测定 甲醛法

## B.1 测定

按GB/T 3600规定进行。

## B.2 分析结果的表示

B.2.1 氯化铵含量(以干基计)  $x_1$ , 数值以质量分数(%)表示, 按式(B.1)计算:

$$x_1 = \frac{c_1(V_3 - V_4) \times 0.05349}{m(1 - x_3)} \times 100 \quad \text{..... (B.1)}$$

式中:

- $c_1$  —— 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);  
 $V_3$  —— 测定试料所消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);  
 $V_4$  —— 测定空白时消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);  
 $m$  —— 试料质量的数值, 单位为克 (g);  
 $x_3$  —— 试样的水分, 单位为质量分数 (%);  
0.05349 —— 氯化铵的毫摩尔质量的数值, 单位为克每毫摩尔 (g/mmol)。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

B.2.2 氮含量(以干基计)  $x_2$ , 数值以质量分数(%)表示, 按式(B.2)计算:

$$x_2 = \frac{c_1(V_3 - V_4) \times 0.01401}{m(1 - x_3)} \times 100 \quad \text{..... (B.2)}$$

式中:

- $c_1$  —— 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);  
 $V_3$  —— 测定试料所消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);  
 $V_4$  —— 测定空白时消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值, 单位为毫升 (mL);  
 $m$  —— 试料质量的数值, 单位为克 (g);  
 $x_3$  —— 试样的水分, 单位为质量分数 (%);  
0.01401 —— 氮的毫摩尔质量的数值, 单位为克每毫摩尔 (g/mmol)。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

## B.3 允许差

平行测定结果的绝对差值, 以氯化铵计不大于0.20%; 以氮计不大于0.05%。

不同实验室测定结果的绝对差值, 以氯化铵计不大于0.30%; 以氮计不大于0.08%。

附 录 C  
(规范性)  
氯化铵（氮含量）的测定 定氮仪法

C.1 测定

按GB/T 22923中3.1进行。

C.2 分析结果的表示

总氮含量以氮(N)的质量分数 $\omega_1$ 计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{(V_5 - V_0) \times c_2 \times 0.01401}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中：

- $V_5$  ——测定时消耗硫酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；
- $V_0$  ——空白试验时消耗硫酸标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；
- $c_2$  ——硫酸标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；
- 0.01401 ——氮的毫摩尔质量的数值，单位为克每毫摩尔(g/mmol)；
- $\omega_1$  ——试料的质量的数值，单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

C.3 允许差

平行测定结果的允许差应符合表4要求。

表C.1

氮的质量分数(以 N计)/%	平行测定允许差值/%
<10.0	0.20
10.0~20.0	0.30
>20.0	0.40

## 附 录 D

### （规范性）

### 水分的测定 干燥法

#### D.1 方法提要

试样在100 °C~105 °C下干燥至质量恒定，由质量损失来计算出水分。

#### D.2 仪器

D.2.1 带磨口塞称量瓶：直径50 mm，高30 mm。

D.2.2 电热恒温干燥箱：能控制温度在100 °C~105 °C之间。

D.2.3 一般实验室用仪器。

#### D.3 分析步骤

作两份试料的平行测定。

用预先在100 °C~105 °C下干燥至质量恒定的称量瓶，称取约5 g试样，精确至0.001 g，置于100 °C~105 °C干燥箱中，干燥至质量恒定（一般不超过4 h），冷却至室温后称量。

#### D.4 分析结果表示

水分 $x_3$ ，以水（H<sub>2</sub>O）的质量分数（%）表示，按式（D.1）计算：

$$x_3 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \text{..... (D.1)}$$

式中：

$m$  ——干燥前试料质量的数值，单位为克（g）；

$m_1$  ——干燥后试样质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

#### D.5 允许差

水的质量分数≤1.0%时，平行测定结果的绝对差值应≤0.10%，不同实验室测定结果的绝对差值应≤0.20%。

水的质量分数>1.0%时，平行测定结果的绝对差值应≤0.20%，不同实验室测定结果的绝对差值应≤0.40%。

## 附 录 E

### （规范性）

### 燃烧残渣的测定 重量法

#### E.1 方法提要

试样经过加热升华，在500℃～600℃下灼烧至质量恒定，得残留物，计算出灼烧残渣。

#### E.2 仪器

E.2.1 蒸发皿：石英或瓷蒸发皿，容积为50 mL。

E.2.2 高温电阻炉：控制温度500℃～600℃。

E.2.3 一般实验室用仪器。

#### E.3 分析步骤

作两份试料的平行测定。

称取约10 g试样，精确至0.01 g，于预先已在500℃～600℃下灼烧至恒重的50 mL蒸发皿中，置于电热炉上加热升华，升华温度约400℃，直至无白烟后，移至500℃～600℃高温电阻炉中灼烧，冷却、称重，直至质量恒定。

#### E.4 分析结果表示

灼烧残渣 $x_4$ ，以残渣的质量分数（%）表示，按式（E.1）计算：

$$x_4 = \frac{m_3 - m_4}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (E.1)$$

式中：

$m_3$  ——灼烧后蒸发皿和残渣的质量的数值，单位为克（g）；

$m_4$  ——蒸发皿的质量的数值，单位为克（g）；

$m$  ——试料质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

#### E.5 允许差

平行测定结果的绝对差值应不大于0.05%，不同实验室测定结果的绝对差值应≤0.10%。

## 附录 F

(规范性)

## 铁含量的测定 邻菲罗啉分光光度法

## F.1 方法提要

用抗坏血酸将试液中的三价铁离子还原为二价铁离子，在pH值2~9时，二价铁离子与邻菲罗啉生成橙红色配合物，在吸收波长510 nm处，用分光光度计测定其吸光度。

## F.2 试剂和溶液

警示：下列的部分试剂和溶液具有腐蚀性，操作者应小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗或适合的方式进行处理，严重者应立即治疗。

F.2.1 盐酸溶液，1 mol/L。

F.2.2 氨水溶液，1+9。

F.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液，pH值约为4.5。

F.2.4 抗坏血酸溶液，20 g/L（该溶液使用期限10天）。

F.2.5 邻菲罗啉溶液，2 g/L。

F.2.6 铁标准溶液，1 mg/mL。

F.2.7 铁标准溶液：0.01 mg/mL，用铁标准溶液（E.2.6）准确稀释100倍，当日使用。

## F.3 仪器

F.3.1 分光光度计，带3 cm比色皿。

F.3.2 一般实验室仪器。

## F.4 分析步骤

## F.4.1 标准曲线的绘制

于一系列100 mL容量瓶中，分别加入0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL和10.0 mL铁标准溶液（E.2.7），分别加水至约60 mL左右，加1.0 mL盐酸溶液，2.5 mL抗坏血酸溶液和10 mL缓冲溶液，摇匀后加入5 mL邻菲罗啉溶液，用水稀释至刻度，摇匀后放置15 min。

将部分显色溶液移入3 cm比色皿中，以空白溶液（E.4.1中的0 mL）作参比溶液，于分光光度计波长510 nm处测定其吸光度。

以100 mL标准比色溶液中所含铁的毫克数为横坐标，相对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

## F.4.2 测定

做两份试料的平行测定。

称取2 g~5 g试样，精确至0.001 g，置于烧杯中，加约30 mL水溶解，加5 mL~10 mL盐酸溶液，加热煮沸2 min~5 min，冷却后加氨水溶液，调节至溶液pH值接近2（用精密pH试纸检验），转移至100 mL容量瓶中，以下步骤与E.4.1相同。

## F.5 分析结果的表示

铁含量 $x_5$ ，以铁（Fe）的质量分数（%）计，按式（E.1）计算：

$$x_5 = \frac{m_5}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (F.1)$$

式中：

$m_5$  ——标准曲线上查得的试液中铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$  ——试料质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后四位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

## F.6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于0.0002%；不同实验室测定的结果的绝对差值不大于0.0003%。

附 录 G  
(规范性)  
重金属含量的测定 目视比浊法

### G.1 原理

在弱酸性条件下，向试液中加入饱和硫化氢溶液，与试液中的重金属生成硫化物，再与铅的标准浊度进行比较，确定重金属的含量。

### G.2 试剂和溶液

警示：下列的部分试剂具有腐蚀性，操作者须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

G.2.1 硝酸铅。

G.2.2 乙酸溶液：1+16。

G.2.3 铅（Pb）标准溶液：0.1 mg/mL。

G.2.4 铅（Pb）标准溶液：0.01 mg/mL；用移液管移取10.0 mL铅标准溶液（F.2.3）置于100 mL容量瓶中，加水至刻度，摇匀。该溶液在使用当日配制。

G.2.5 饱和硫化氢水溶液：使用当日配制。

### G.3 仪器

G.3.1 带有磨口塞的50 mL刻度比色管。

G.3.2 一般实验室用仪器。

### G.4 分析步骤

#### G.4.1 标准浊度的制备

于两只50 mL比色管中分别加入2.5 mL、5.0 mL铅标准溶液（F.2.4），加水至约35 mL，加2 mL乙酸溶液，10 mL饱和硫化氢水溶液，用水稀释至刻度，摇匀后放置10 min。

#### G.4.2 测定

称取5 g试样（精确至0.01 g），置于250 mL烧杯中，加20 mL水溶解后过滤，滤液滤入50 mL比色管中，用少量水多次洗涤滤纸，然后加入2 mL乙酸溶液，与铅标准溶液同时加入10 mL饱和硫化氢水溶液，用水稀释至刻度，摇匀，放置10 min。所呈浊度与标准浊度比较，浊度低于或等于相应标准浊度，即重金属的质量分数（以Pb计） $\leq 0.0005\%$ 或 $\leq 0.0010\%$ 。

附 录 H  
(规范性)  
硫酸盐含量的测定 目视比浊法

### H.1 原理

在酸性介质中，钡离子与硫酸根离子生成硫酸钡。当硫酸根离子含量较低时，在一定时间内硫酸钡呈悬浮体，使溶液混浊，与标准溶液浊度比较，确定试样中硫酸盐含量。

### H.2 试剂和溶液

H.2.1 乙醇，体积分数为95%。

H.2.2 无水硫酸钠。

H.2.3 盐酸溶液，1+1。

H.2.4 氯化钡溶液，100 g/L。

H.2.5 硫酸盐标准溶液，0.1 mg/mL。

H.2.6 不含硫酸盐的氯化铵溶液：称取10 g试样，溶于80 mL水中，加1 mL盐酸溶液，煮沸后加入10 mL氯化钡溶液，搅匀后放置12 h~18 h过滤，并稀释至100 mL。

### H.3 仪器

H.3.1 带磨口塞的50 mL刻度比浊管。

H.3.2 一般实验室用仪器。

### H.4 分析步骤

#### H.4.1 标准浊度的制备

于50 mL比浊管中，分别加入2.0 mL、5.0 mL硫酸盐标准溶液，加水至25 mL。然后加入5 mL乙醇，1 mL盐酸溶液，加入10 mL不含硫酸盐的氯化铵溶液，5 mL氯化钡溶液，用水稀释至刻度，摇匀后放置20 min。

#### H.4.2 测定

称取1 g试样，精确至0.01 g，置于烧杯中，加20 mL水溶解后过滤，滤液滤入50 mL比浊管中，用少量水多次洗涤滤纸，然后加入5 mL乙醇，1 mL盐酸溶液，与硫酸盐标准溶液同时加入5 mL氯化钡溶液，加水稀释至刻度，摇匀后放置20 min。所呈浊度与标准浊度比较，浊度低于或等于标准浊度，即硫酸盐含量（以 $\text{SO}_4^{2-}$ 计） $\leq 0.02\%$ 或 $\leq 0.05\%$ 。



附 录 I  
(规范性)  
钠含量的测定 火焰光度法

I.1 原理

当被测元素的溶液以雾状喷入火焰时，即能发射出该元素的特征谱线。在一定浓度范围内，特征谱线强度与该元素浓度成正比，测定待测元素的特征谱线强度，用标准曲线法即能求得试样中钠的含量。

I.2 试剂和溶液

- I.2.1 氯化钠，基准试剂，
- I.2.2 氯化铵溶液，100 g/L，
- I.2.3 钠标准溶液，1 mL含0.5 mg钠，
- I.2.4 钠校正溶液，1 mL含0.02 mg钠。用移液管移取10.0 mL钠标准溶液（H.2.3），于250 mL容量瓶中，再加入3 mL氯化铵溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

I.3 仪器

- I.3.1 火焰光度计。
- I.3.2 燃气和压缩空气。
- I.3.3 一般实验室用仪器。

I.4 分析步骤

I.4.1 平行测定

作两份试料的平行测定。

I.4.2 校正试验

按火焰光度计使用说明书中规定用钠校正溶液（I.2.4）进行仪器的校正试验。

I.4.3 标准曲线的绘制

于6只250 mL容量瓶中，分别加入1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL钠标准溶液及3 mL氯化铵溶液，用水稀释至刻度，摇匀，容量瓶中相应的钠含量见表I.1。以下的操作按火焰光度计使用说明书中校正和进行测定。以钠含量为横坐标，相对应的特征谱线强度为纵坐标，绘制标准曲线。

表 I.1 标准曲线系列溶液中相应的钠含量

钠标准溶液体积/mL	1.00	2.00	4.00	6.00	8.00	10.00
相应的钠含量/mg	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00

I.4.4 试样溶液的制备

称取3 g试样，精确到0.001 g，置于烧杯中，用水溶解，转移至250 mL容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。从中取出25 mL试样溶液置于另一250 mL容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

### 1.4.5 测定

1.4.5.1 按火焰光度计使用说明书规定进行试样溶液的测定，重复3次后，求其特征谱线强度的平均值，从而在标准曲线上由特征谱线强度的平均值查得对应的钠的量（ $m_6$ ）。

1.4.5.2 也可采用示差法（标准比较法）。由标准曲线绘制（1.4.3）标准系列中，选取接近于试样溶液浓度的二份标准溶液，用低浓度调整仪器指针到零点。用高浓度标准溶液测定特征谱线强度，然后进行试样溶液的测定。

### 1.5 分析结果的表示

钠含量 $x_6$ ，以钠（Na）的质量分数（%）表示，按式（H.1）计算：

$$x_6 = \frac{m_6}{m \times \frac{25}{250} \times 1000} \times 100 = \frac{m_6}{m} \dots\dots\dots (I.1)$$

式中：

$m_6$  ——由标准曲线查得试样溶液相对应的钠质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$  ——试料质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

1.5.1 钠含量 $x_6$ ，以钠（Na）的质量分数（%）表示，示差法按式（H.2）计算：

$$x_6 = \frac{m_7 + \frac{I_1}{I_2} \times (m_8 - m_7)}{m \times \frac{25}{250} \times 1000} \times 100 = \frac{m_7 + \frac{I_1}{I_2} \times (m_8 - m_7)}{m} \dots\dots\dots (I.2)$$

式中：

$m_7$  ——选取低浓度标准溶液所含有钠的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m_8$  ——选取高浓度标准溶液所含有钠的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$I_1$  ——测得试样溶液浓度的特征谱线强度；

$I_2$  ——高浓度标准溶液的特征谱线强度；

$m$  ——试料质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

### 1.6 允许差

平行测定结果的绝对差值应不大于0.06%；不同实验室测定结果的绝对差值应不大于0.15%。

## 附 录 J

### (规范性)

### 钠含量的测定 汞量法

#### J.1 方法原理

在酸性的水溶液或乙醇-水溶液中，用强电离的硝酸汞标准溶液将氯离子转化成弱电离的氯化汞，用二苯偶氮碳酰肼指示剂与过量的 $\text{Hg}^{2+}$ 生成紫红色络合物为终点。

#### J.2 试剂和溶液

J.2.1 氯化钠，基准试剂。

J.2.2 硝酸溶液，0.2 mol/L，用化学纯试剂配制。

J.2.3 硝酸汞标准滴定溶液， $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]=0.1000 \text{ mol/L}$ 。

称取17.13 g硝酸汞 $[\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ ，溶解于500 mL水中，加4 mL硝酸溶液，用水稀释至1000 mL；

标定：称取在500 °C~600 °C下灼烧至恒重的氯化钠0.15 g，精确至0.0001 g，溶解于40 mL水中，加2滴~3滴溴酚蓝指示液，滴加0.2 mol/L硝酸溶液至溶液呈黄色，再过量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呈紫红色为终点。

硝酸汞标准滴定溶液的浓度 $c$ ，以mol/L表示，按式(J.1)计算：

$$c = \frac{m}{V \times 0.05844} \dots\dots\dots (\text{J.1})$$

式中：

$m$  ——氯化钠质量的数值，单位为克(g)；

$V$  ——滴定时用去硝酸汞标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

0.05844 ——氯化钠的毫摩尔质量的数值，单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

J.2.4 溴酚蓝，0.1%乙醇溶液。

J.2.5 二苯偶氮碳酰肼指示液，5 g/L。

#### J.3 仪器

J.3.1 100 mL瓷蒸发皿。

J.3.2 高温电阻炉：可控制温度在500 °C~600 °C。

J.3.3 一般实验室用仪器。

#### J.4 分析步骤

##### J.4.1 平行试验

作两份试料的平行测定。

##### J.4.2 试样溶液的制备

称取约5 g试样，精确到0.001 g，置于100 mL瓷蒸发皿中。将瓷蒸发皿置于电炉上加热，使氯化铵升华尽，再移至500 °C~600 °C高温电阻炉中灼烧至恒重。将灼烧后的残留物用水溶解，并转移至250 mL的锥形瓶中，总体积不超过40 mL。

### J. 4.3 测定

在试液(I. 4. 2)中加入2滴溴酚蓝指示液, 然后滴加0. 2 mol/L硝酸溶液至溶液呈黄色, 再过量3滴。最后加入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呈紫红色为终点。

### J. 4.4 结果的表示

钠含量 $X_6$ , 以钠(Na)的质量百分数表示, 按式(I. 2)计算:

$$X_6 = \frac{c \cdot V \times 0.022\ 99}{m} \times 100 \dots\dots\dots (J. 2)$$

式中:

- $c$  ——硝酸汞标准滴定溶液浓度的数值, 单位为摩尔/升 (mol/L);
- $V$  ——测定时用去硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升 (mL);
- 0. 022 99 ——钠的毫摩尔质量的数值, 单位为克每毫摩尔 (g/mmol);
- $m$  ——试料质量的数值, 单位为克 (g)。

计算结果表示到小数点后两位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果。

### J. 5 允许差

平行测定结果的绝对差值应不大于0. 05%; 不同实验室测定结果的绝对差值应不大于0. 10%。

### J. 6 含汞废液的处理方法

将含汞废液收集于约50 L的容器中, 当废液达到40 L左右时, 依次加入400 mL 40%的工业氢氧化钠溶液, 100 g硫化钠( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ), 搅拌均匀. 10 min后缓慢加入400 mL 30%过氧化氢溶液, 氧化过量的硫化钠, 防止汞以多硫化物形式溶解, 充分混合, 放置24 h后, 将上部清液排入废水中, 沉淀物(硫化汞又名辰砂, 不溶于水, 对人体无害)转入另一容器中, 回收。

附 录 K  
(规范性)  
pH 值的测定 酸度计法

K.1 原理

试料用水溶解，用酸度计测定pH值。

K.2 试剂和溶液

K.2.1 磷酸二氢钾 [ $c(\text{KH}_2\text{PO}_4)=0.025\text{ mol/L}$ ] 和磷酸氢二钠 [ $c(\text{Na}_2\text{HPO}_4)=0.025\text{ mol/L}$ ] 缓冲溶液。

K.2.2 邻苯二甲酸氢钾 [ $c(\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4\text{K})=0.05\text{ mol/L}$ ] 缓冲溶液。

K.3 仪器

K.3.1 pH酸度计，灵敏度为 $\pm 0.01$  pH单位。

K.3.2 一般实验室用仪器。

K.4 分析步骤

称取20.00 g试样于100 mL烧杯中，加不含二氧化碳的水100 mL，搅动1 min，静置30 min，用酸度计测定。测定前，用标准缓冲溶液对酸度计进行校验。

K.5 分析结果的表示

试液的pH值，以pH表示，所得结果表示至一位小数。

## 附录 L

(规范性)

## 颗粒平均抗压碎力的测定 强度仪法

## L.1 原理

随机抽取颗粒，用强度仪测定颗粒抗压碎力。

## L.2 仪器

强度仪。

## L.3 测定步骤

随机从2.80 mm—4.00 mm样品中抽取30粒氯化铵颗粒，用强度仪逐一测量其抗压碎力的值，以30个颗粒的测定值平均值做为检测结果。

## L.4 分析结果的表示

颗粒状产品的颗粒平均抗压碎力 ( $N$ )，按式 (K.1) 计算：

$$N = \frac{1}{30} \sum_{i=1}^{30} N_i \dots \dots \dots (L.1)$$

式中：

$N_i$  ——每个颗粒抗压碎力的数值，单位为牛顿 (N)。

计算结果表示到小数点后一位。