

ICS 71.060.50
G 12
备案号: 58752-2018

DB63

青海省地方标准

DB 63/T 1634—2018

熔盐电解质中氯化钾含量的测定 四苯硼钠季胺盐容量法

地方标准信息服务平台

2018 - 03 - 22 发布

2018 - 06 - 22 实施

青海省质量技术监督局 发布

前 言

本标准是按照GB/T 1.1-2009给出的规则编写。

本标准由中国科学院青海盐湖研究所提出。

本标准由青海省化肥和化工产品标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中国科学院青海盐湖研究所。

本标准主要起草人：李明珍、王世栋、李权、郭敏、火焱、叶秀深、刘忠、吴志坚。

地方标准信息服务平台

熔盐电解质中氯化钾含量的测定 四苯硼钠季胺盐容量法

1 范围

本标准规定了熔盐电解质中氯化钾含量的测定范围、测定方法。

本标准适用于熔盐电解质中（质量分数）10%–70% 氯化钾含量的测定。

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，仅所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。

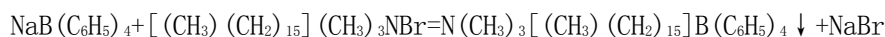
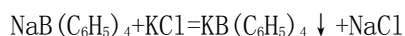
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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 原理

碱性溶液中氯化钾与四苯硼钠反应，生成四苯硼钾沉淀与氯化钠，过量的四苯硼钠与季胺盐（十六烷基三甲基溴化铵）反应生成难溶的四苯硼复盐，终点是指示剂达旦黄变成粉红色。



4 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和按GB/T 6682 所规定的二级水。

4.1 松节油

(CAS:8006-64-2)。

4.2 10% NaOH 溶液

准确称取10.0 g NaOH溶于100 mL水中，摇匀。

4.3 10% EDTA 溶液

准确称取10.0 g EDTA溶于100 mL水中，摇匀。

4.4 四苯硼钠标准溶液（1%）

准确称取10.0 g四苯硼钠溶于500 mL水中，加入2.0 g AlCl_3 溶解后，加入1滴甲基红指示剂，再用2 mol/L NaOH溶液调至红色变为浅黄色有 $\text{Al}(\text{OH})_3$ 沉淀产生并摇匀，放置48小时过滤，稀释至1000 mL。

4.5 0.5% 季胺盐标准溶液

准确称取10.0 g季胺盐（十六烷基三甲基溴化铵），加入250 mL乙醇溶解，用水稀释至2 L，混匀后储存于试剂瓶中(如室温低于15 ℃，季胺盐易析出，可将试剂瓶置于温水浴中，使之溶解后使用)。

4.6 氯化钾基准溶液（含 K⁺：1.0000mg/mL）

精确称取1.9068 g于350 ℃干燥恒重的基准KCl用水溶解转入1000 mL容量瓶中摇匀稀释至刻度。

4.7 0.5% 达旦黄指示剂

准确称取0.5 g达旦黄溶于100 mL乙醇中，混匀。

5 仪器设备

5.1 移液管

精度0.01 mL。

5.2 棕色酸式滴定管

容量25 mL，精度0.01 mL。

5.3 电子天平

精度 0.0001 g。

6 样品

样品研磨混匀后经多次缩分，称取约2.5 g试样，精确至0.0001 g，置于100 mL烧杯中，用适量水溶解，转移至250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7 实验步骤

7.1 标定

准确移取氯化钾基准溶液5 mL于250 mL锥形瓶中，加水至20 mL，加入5 mL 10% EDTA溶液，2 mL 10% NaOH溶液，然后缓慢加入10 mL四苯硼钠标准溶液，边加边摇，放置10 min，加入15滴松节油，6滴达旦黄指示剂，用季胺盐标准溶液滴定至溶液呈粉红色为终点（V₁）。再取10 mL四苯硼钠标准溶液进行空白试验，记录消耗季胺盐标准溶液的体积（V₀），平行做三次试验。

四苯硼钠标准溶液对钾离子的滴定度T按公式（1）计算：

$$T = \frac{m}{V_0 - V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- T—1 mL 季胺盐相当于钾离子的毫克数，（mg/mL）；
- V₁—基准氯化钾溶液中过量四苯硼钠消耗季胺盐的体积（mL）；
- V₀—空白溶液中四苯硼钠消耗季胺盐的体积（mL）；
- m—取氯化钾基准溶液所含钾离子毫克数，（mg）。

7.2 试验

准确移取2 mL样品溶液于250 mL锥形瓶中，加水至20 mL，加入5 mL 10% EDTA溶液，1滴达旦黄指示剂，用10 % NaOH溶液调至溶液由亮黄为橘黄，再加入2 mL10 % NaOH，然后缓慢加入10 mL四苯硼钠标准溶液，边加边摇，放置10 min，加入松节油15滴，5滴达旦黄，用季胺盐标准溶液滴定至溶液呈粉红色为终点（V₂）。

8 试验数据处理

氯化钾含量按公式（2）计算，数值以质量分数（%）表示：

$$\omega = \frac{T \times (V_0 - V_2)}{W \times 1000 \times \frac{2}{250}} \times 1.9068 \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- ω—样品中氯化钾含量的质量分数（%）；
 - T—1 mL季胺盐相当于钾离子的毫克数，（mg/mL）；
 - V₂—样品中过量四苯硼钠消耗季胺盐的体积（mL）；
 - V₀—空白溶液中四苯硼钠消耗季胺盐的体积（mL）；
 - 1.9068—钾离子换算成氯化钾的系数为1.9068；
 - W—样品的质量的数值，单位为克（g）。
- 计算结果表示到小数点后两位。

地方标准信息服务平台