

中华人民共和国国家标准

工业氯酸钠

GB/T 1618—1995

Sodium chlorate for industrial use

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业氯酸钠的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于工业氯酸钠。该产品主要用于印染、造纸等工业。

分子式： NaClO_3 。

相对分子质量：106.44(按1991年相对原子质量)

2 引用标准

GB 190 危险货物包装标志

GB 191 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法

GB/T 3051 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 技术要求

3.1 外观：白色或略带黄色晶体。

3.2 工业氯酸钠应符合下表要求：

表 1

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
氯酸钠(以干基计)含量, %	≥ 99.5	99.0	98.0
水分, %	≤ 0.30	0.50	0.80
水不溶物含量, %	≤ 0.01	0.03	0.03
氯化物(以 Cl 计)含量, %	≤ 0.15	0.20	0.30
硫酸盐(以 SO_4 计)含量, %	≤ 0.01	0.02	0.02
铬酸盐(以 CrO_4 计)含量, %	≤ 0.01	0.02	0.02
铁(Fe)含量, %	≤ 0.005	0.03	0.05

国家技术监督局1995-12-20批准

1996-08-01实施

4 试验方法

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 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,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

4.1 氯酸钠含量的测定

4.1.1 方法提要

用已知并过量的铁(Ⅱ)盐还原氯酸钠,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定过量的铁(Ⅱ)盐。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 硫酸(GB/T 625);

4.1.2.2 磷酸(GB/T 1282);

4.1.2.3 重铬酸钾(GB/T 642): $c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)$ 约 0.1 mol/L 标准滴定溶液;

4.1.2.4 硫酸亚铁铵(GB/T 661): $c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2]$ 约 0.1 mol/L 溶液;

4.1.2.5 二苯胺磺酸钠:5 g/L 指示液。

4.1.3 分析步骤

称取约 2.5 g 试样,精确至 0.001 g,加水溶解,移至 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 25 mL 上述溶液,置于 500 mL 锥形瓶中,用移液管移取 50 mL 硫酸亚铁铵溶液,置于锥形瓶中,缓慢加入 20 mL 硫酸和 5 mL 磷酸,同时冷却,在室温下静置 10 min。稀释至 300 mL 左右,加 5 滴二苯胺磺酸钠指示液,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至溶液变为紫色为终点。

同时作空白试验。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯酸钠含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V_0 - V)c \times 0.01774}{\frac{25}{1000} \times m \times \frac{(100 - X_2)}{100}} \times 100$$

$$= \frac{7.096 \times (V_0 - V) \times c}{m \times (100 - X_2)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_0 ——空白试验所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

V ——滴定试验溶液所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

c ——重铬酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

0.01774——与 1.00 mL 重铬酸钾标准滴定溶液 [$c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7) = 1.000$ mol/L] 相当的以克表示的氯酸钠的质量;

m ——试料质量, g;

X_2 ——按本标准第 4.2 条测得的水分。

4.1.5 允许差

取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 0.2%。

4.2 水分的测定

4.2.1 仪器、设备

4.2.1.1 称量瓶: $\phi 50$ mm \times 30 mm。

4.2.2 分析步骤

用于 105℃~110℃ 下已恒重的称量瓶称取约 10 g 试样,精确至 0.000 2 g,在 105℃~110℃ 下干燥至恒重。

4.2.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分 X_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——干燥前称量瓶与试料质量, g;

m_2 ——干燥后称量瓶与试料质量, g;

m ——试料质量, g。

4.2.4 允许差

取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 0.01%。

4.3 水不溶物含量的测定

4.3.1 方法提要

试样溶于热水中, 用坩埚式过滤器过滤、洗涤、干燥、称量。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 亚硝酸钠(GB/T 633);

4.3.2.2 硝酸(GB/T 626): 1+1 溶液;

4.3.2.3 硝酸银(GB/T 670): 5 g/L 溶液;

4.3.3 仪器、设备

4.3.3.1 坩埚式过滤器: 滤板孔径 5 μm ~15 μm 。

4.3.4 分析步骤

称取约 25 g 试样, 精确至 0.1 g, 溶于 300 mL 热水中, 用于 105°C~110°C 下已恒重的坩埚式过滤器过滤, 以热水洗涤坩埚中的水不溶物, 洗涤至滤液中无氯酸根离子为止, 在 105°C~110°C 下干燥至恒重。

注: 氯酸根离子的检验: 用试管接 1 mL~2 mL 洗涤残渣滤液, 加入几粒固体亚硝酸钠及数滴硝酸溶液, 再加入数滴硝酸银溶液后应不呈浑浊。

4.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量 X_3 按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——水不溶物及坩埚式过滤器质量, g;

m_2 ——坩埚式过滤器质量, g;

m ——试料质量, g。

4.3.6 允许差

取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 0.005%。

4.4 氯化物含量的测定

4.4.1 方法提要

同 GB/T 3051 第 2 条。

4.4.2 试剂和材料

同 GB/T 3051 第 4 条。

4.4.3 仪器、设备

4.4.3.1 微量滴定管: 名义分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

4.4.4 分析步骤

称取约 5 g 试样, 精确至 0.01 g, 加 100 mL 水使其溶解, 加 3 滴溴酚蓝指示液, 滴加 $c(\text{HNO}_3)$ 约 1 mol/L 的硝酸溶液至溶液呈黄色, 再过量 5 滴, 加入 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液, 用硝酸汞标准滴定

溶液 $c[\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}] = 0.05 \text{ mol/L}$ 滴定, 溶液由黄色变为紫红色即为终点。

同时作空白试验。

滴定后的含汞废液按 GB/T 3051 附录 D 处理。

4.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化物(以 Cl 计)含量 X_4 按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{(V - V_0)c \times 0.03545}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: V ——滴定所消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白试验所消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

0.03545——与 1.00 mL 硝酸汞标准滴定溶液 $\{c[\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}] = 1.000 \text{ mol/L}\}$ 相当的以克表示的氯化物(以 Cl 计)的质量;

m ——试料质量, g。

4.4.6 允许差

取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 0.01%。

4.5 硫酸盐含量的测定

4.5.1 方法提要

在盐酸介质中, 钡离子与硫酸根离子生成难溶的硫酸钡, 当硫酸根离子含量较低时, 在一定时间内硫酸钡呈悬浮体, 可用硫酸盐的光电比浊法测定。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 氯化钡(GB/T 652): 200 g/L 溶液;

4.5.2.2 盐酸(GB/T 622): 1+3 溶液;

4.5.2.3 可溶性淀粉, 10 g/L 溶液;

4.5.2.4 硫酸盐标准溶液: 1 mL 溶液含有 0.01 mg SO_4 。

用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的标准溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。临用时配制。

4.5.3 仪器、设备

4.5.3.1 分光光度计: 带有厚度为 5 cm 吸收池。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 工作曲线的绘制

在一组 50 mL 容量瓶中用移液管分别加入 0, 4.0, 8.0, 12.0, 16.0, 20.0 mL 硫酸盐标准溶液, 加水至 30 mL。

向每个容量瓶中分别加入 2.0 mL 盐酸溶液, 6.0 mL 淀粉溶液, 仔细混匀 1 min。然后加 6.0 mL 氯化钡溶液, 加水至刻度, 再次摇匀 1 min, 以后每隔 10 min 摇匀一次。

40 min 后, 使用分光光度计, 用 5 cm 吸收池, 以水为参比, 于波长 485 nm 处测量其吸光度。

以硫酸盐质量(mg)为横坐标, 相应的吸光度为纵坐标, 根据得到的数值绘制工作曲线。

4.5.4.2 试验溶液的制备

称取 15 g 试样, 精确至 0.01 g, 加水使其溶解, 必要时应过滤, 将其转移至 500 mL 容量瓶中, 加水至刻度, 摇匀。

4.5.4.3 测定

用移液管移取 20 mL 试验溶液和 20 mL 水(空白试验), 转移至 50 mL 容量瓶中, 按 4.5.4.1 条规定, 从“向每个容量瓶中分别加 2.0 mL 盐酸溶液……”开始, 至“……测量其吸光度”为止进行操作。

4.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸盐(以 SO_4 计)含量 X_5 按式(5)计算:

$$X_5 = \frac{(m_1 - m_0)}{\frac{20}{500} \times m \times 1000} \times 100 = \frac{2.5 \times (m_1 - m_0)}{m} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度,从工作曲线上查出的硫酸盐(SO_4)的质量,mg;

m_0 ——根据测得的空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查出的硫酸盐(SO_4)的质量,mg;

m ——试料质量,g。

4.5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果绝对差值不大于 0.005%。

4.6 铬酸盐含量的测定

4.6.1 方法提要

试样用水溶解后,在酸性介质中铬(VI)与二苯氨基脲生成红紫色络合物,用分光光度计,于波长 540 nm 处测量其吸光度。

4.6.2 试剂和材料

4.6.2.1 硫酸(GB/T 625):1+6 溶液;

4.6.2.2 铬酸盐标准溶液:1 mL 溶液含有 0.001 mg CrO_4 ;

用移液管移取 10 mL 按 GB/T 602 配制的铬酸盐标准溶液,置于 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。临用时配制。

4.6.2.3 二苯氨基脲(HG/T 3—964):1 g/L 溶液;

称取 0.1 g 二苯氨基脲,精确至 0.000 2 g,溶解于 100 mL 丙酮(GB/T 686)中。溶液贮存于棕色玻璃瓶中。

4.6.3 仪器、设备

4.6.3.1 分光光度计:带有厚度为 2 cm 吸收池。

4.6.4 分析步骤

4.6.4.1 工作曲线的绘制

在一组 25 mL 容量瓶中用移液管分别移入 0, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0, 10.0 mL 铬酸盐标准溶液,加 1 mL 二苯氨基脲溶液,加水至刻度并仔细摇匀。放置 2 min。使用分光光度计,用 2 cm 吸收池,以水为参比,于波长 540 nm 处测量其吸光度。

以铬酸盐质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

4.6.4.2 试验溶液的制备

称取 10 g 试样,精确至 0.01 g。全部移入 1 000 mL 容量瓶中,加水至刻度并仔细混匀。

4.6.4.3 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液和 10 mL 水(空白试验),置于 25 mL 容量瓶中,以下按 4.6.4.1 中从“加入 1 mL 硫酸溶液……”开始,至“……测量其吸光度”进行操作。

4.6.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铬酸盐(以 CrO_4 计)含量 X_6 按式(6)计算:

$$X_6 = \frac{m_1 - m_0}{m \times 1000 \times \frac{10}{1000}} \times 100 = \frac{10 \times (m_1 - m_0)}{m} \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中: m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度,从工作曲线上查出的铬酸盐质量,mg;

m_0 ——根据测得的空白试验溶液吸光度,从工作曲线上查出的铬酸盐质量,mg;

m ——试料质量,g。

4.6.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果绝对差值不大于 0.005%。

4.7 铁含量的测定

4.7.1 方法提要

同 GB/T 3049 第 2 条。

4.7.2 试剂和材料

同 GB/T 3049 第 3 条。

4.7.3 仪器、设备

4.7.3.1 分光光度计:带有厚度为 3 cm 吸收池。

4.7.4 分析步骤

4.7.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049 第 5.3 条规定,选用厚度为 3 cm 吸收池及其对应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

4.7.4.2 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g,置于 150 mL 高型烧杯中,加 20 mL 1+3 盐酸溶液使其溶解,盖上表面皿,小心加热并蒸发至干,加水溶解。对于一等品和合格品,可在 100 mL 容量瓶定容后再取 10 mL 溶液。

4.7.4.3 空白试验溶液的制备

在 150 mL 高型烧杯中,用制备试验溶液的全部试剂和同样用量及相同的操作制备空白试验溶液。

4.7.4.4 测定

对试验溶液和空白试验溶液,按 GB/T 3049 第 5.4 条规定,从“必要时,加水至 60 mL……”开始,至“……测量其吸光度”进行操作。

4.7.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁含量 X_7 按式(7)计算:

$$X_7 = \frac{(m_1 - m_0)}{m \times 1000} \times 100 = \frac{0.1 \times (m_1 - m_0)}{m} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中: m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度,从工作曲线上查出的铁的质量,mg;

m_0 ——根据测得的空白试验溶液吸光度,从工作曲线上查出的铁的质量,mg;

m ——分析所取试样质量,g。

4.7.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果绝对差值不大于 0.001%。

5 检验规则

5.1 工业氯酸钠应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、等级、净重、批号或生产日期、产品质量符合本标准的质量证明和本标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业氯酸钠在一个月内进行验收。

5.3 工业氯酸钠每批产品不超过 60 t。

5.4 按照 GB/T 6678 第 6.6 条规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的中心垂直插入至料层深度的 4/5 处采样。将所采样品混匀后,以四分法缩分到不少于 500 g,将样品分装于两个清洁、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、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存 3 个月备查。

5.5 检验结果如有一项指标不符合本标准要求,则应重新自两倍量的包装单元中采样进行核验,核验

结果即使有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品不能验收。

5.6 供需双方对产品质量发生异议时,按照《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

5.7 用 GB 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业氯酸钠包装容器上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净重、批号或生产日期、本标准编号、GB 190 规定的“氧化剂”标志及 GB 191 规定的“怕热”标志和“怕湿”标志。

6.2 工业氯酸钠采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,薄膜厚度为 0.08 ± 0.01 mm,或采用二层牛皮纸袋。外包装采用厚度为 0.7 mm 钢桶。每桶净重不超过 50 kg。按零担运输时,钢桶应再加透笼木箱。

塑料内包装袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳将袋口扎紧,或用其他相当的方式封口;牛皮纸袋用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。钢桶桶盖应密封牢固。

6.3 工业氯酸钠在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮,搬运时要小心轻放,严禁撞击,不能与易燃易爆物混运。

6.4 工业氯酸钠应贮存于阴凉干燥处,防止受热、受潮或阳光暴晒。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院、长寿化工总厂、福州第一化工厂负责起草。

本标准起草人苏培基、党呈裕、施有廉、苏祖玉、林知中、王琪。

本标准等效采用 ГОСТ12257—77《工业氯酸钠技术条件》。