

前 言

本标准中一等品是根据国外著名公司规格,并参考国内企业标准而制定。与国内企业标准相比,增加了水分指标,此项指标的测定采用重量法。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准起草单位:化学工业部天津化工研究院、吉化公司试剂厂、天津东方化工厂、化工部黎明化工研究院。

本标准主要起草人:陆思伟、李光明、刘兰清、庞慧敏、陆乃光。

工业过氧碳酸钠

1 范围

本标准规定了工业过氧碳酸钠(又名过碳酸钠)的要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于化学法生产的过氧碳酸钠,该产品主要用于洗涤剂的漂白剂、还可用于纺织工业中的整染剂、干燥剂、金属表面处理剂、食品卫生的消毒剂等。

分子式: $2\text{Na}_2\text{CO}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}_2$

相对分子质量: 314.02(按 1991 年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准的最新版本的可能性。

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法(neq ISO 6685:1982)

GB/T 6543—1986 瓦楞纸箱

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 8946—1988 塑料编织袋

3 要求

3.1 外观:本品为白色结晶或结晶性粉末。

3.2 工业过氧碳酸钠应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目		指 标	
		一等品	合格品
活性氧(O)含量/%	$\geq$	13.0	10.5
铁(Fe)含量/%	$\leq$	0.002	0.005
水分/%	$\leq$	2	
堆积密度/(g/mL)		0.40~0.95	
pH 值(30 g/L 水溶液)		10~11	

4 采样

4.1 每批产品不超过 20 t。

4.2 按照 GB/T 6678 中 6.6 的规定确定采样单元数。每一箱或每一塑料编织袋为一包装单元。采样时,从每个选取的包装单元中,取出不少于 50 g 的样品,将所采的样品混匀后。按四分法缩分至约 1 000 g,立即装入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。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存三个月备查。

4.3 试验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样核验,核验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,整批产品为不合格。

5 试验方法

5.1 采用 GB/T 1250 中 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

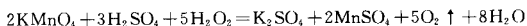
5.2 本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定制备。

5.3 活性氧含量的测定

5.3.1 方法提要

试样溶于水后分解碳酸钠和过氧化氢,用硫酸中和碳酸钠并使溶液呈酸性,在酸性条件下,过氧化氢与高锰酸钾发生氧化-还原反应,根据高锰酸钾标准滴定溶液的消耗量,确定活性氧含量。反应式如下:



5.3.2 试剂和材料

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

5.3.2.2 硫酸溶液:1+15。

5.3.3 分析步骤

称取约 0.2 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于锥形瓶中,用少量水润湿,加 100 mL 硫酸溶液使试样全部溶解,摇匀。用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色,并在 30 s 内不消失即为终点。同时作空白试验。

5.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的活性氧(O)含量(X_1)按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V - V_0)c \times 0.008\ 0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——高锰酸钾标准滴定溶液实际浓度, mol/L;

V ——滴定试液消耗的高锰酸钾标准滴定溶液体积, mL;

V_0 ——滴定空白消耗的高锰酸钾标准滴定溶液体积, mL;

m ——试料的质量, g;

0.008 0——与 1.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4) = 1.000\text{ mol/L}$] 相当的以克表示的活性氧(O)的质量。

5.3.5 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 0.1%。

5.4 铁含量的测定

5.4.1 分析步骤

5.4.1.1 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样(精确至 0.01 g),置于 100 mL 烧杯中。加入 20 mL 水溶解,加热使溶液微沸并减少至约 10 mL,冷却后用 4 mL 盐酸溶液(1+1)调整溶液至 pH 2~3,滴加高锰酸钾(0.1 mol/L)标准滴定溶液,至溶液呈浅粉色。即为试验溶液。

5.4.1.2 空白试验溶液的制备

在制备试验溶液的同时,除不加试料外,其他操作和加入的试剂量与试验溶液同时同样处理。

5.4.2 测定

按 GB/T 3049 中 5.3 的规定,选用 3 cm 吸收池及其对应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线,同时对试验溶液及空白试验溶液进行测量。

5.4.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(X_2)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得试验溶液中铁的质量,mg;

m_0 ——从工作曲线上查得空白试验溶液中铁的质量,mg;

m ——试料的质量,g。

5.4.4 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 0.000 5%。

5.5 水分的测定

5.5.1 方法提要

根据试样在一定温度下干燥失重并减去活性氧含量,通过计算确定其含量。

5.5.2 分析步骤

称取约 3 g 试样(精确至 0.01 g),置于已恒重的称量瓶中,于 140℃ 在烘箱中干燥至恒重。

5.5.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m - m_1 - 2.126 \times mX_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: m_1 ——干燥至恒重的试样质量,g;

X_1 ——试样中活性氧含量,%;

m ——试料的质量,g;

2.126——将活性氧换算为水分的系数。

5.5.4 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 0.2%。

5.6 堆积密度的测定

5.6.1 方法提要

试样经漏斗自由下落于已知重量和容积的量筒中,经称量、计算,确定试样的堆积密度。

5.6.2 仪器、设备

5.6.2.1 堆积密度测定仪

如图 1 所示,漏斗固定在支架上,量筒位于漏斗中心线下方,其间距为 30 mm。材质为有机玻璃或其他材质。

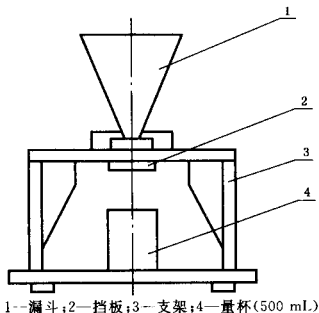


图 1 堆积密度测定仪

5.6.3 分析步骤

在 1 min 内,使试样经漏斗自由落入已知重量和容积的量筒中,试样的锥顶应高出量筒壁,用直尺刮去高出部分,准确称量装有试样的量筒(精确至 0.01 g)。

5.6.4 分析结果的表述

以单位体积的质量表示的堆积密度(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_1 - m_2}{V} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中: m_1 ——试样和量筒的质量, g;

m_2 ——量筒的质量, g;

V ——量筒的容积, mL。

5.6.5 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 0.02 g/mL。

5.7 pH 值的测定

5.7.1 方法提要

将指示电极和参比电极浸入试验溶液中,构成一原电池,其电位与溶液的 pH 值有关,通过测量原电池的电位即可得出溶液的 pH 值。

5.7.2 仪器、设备

5.7.2.1 酸度计:分度值为 0.1 pH 单位;

5.7.2.2 玻璃电极:使用前须在水中浸泡 24 h 以上,并浸于水中保存;

5.7.2.3 饱和甘汞电极。

5.7.3 分析步骤

称取约 3 g 试样(精确至 0.1 g),加水至 100 mL 溶解,用已校正过的酸度计测定溶液的 pH 值。

为确保测得结果准确,可重复校正酸度计及测定试验溶液,直到 pH 读数至少稳定 1 min 为止。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业过氧碳酸钠包装袋及箱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、批号或生产日期和本标准编号,以及 GB 191 中“怕湿”标志和“堆码层数极限”标志。

6.2 每批出厂的工业过氧碳酸钠都应附有质量证明书。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、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.3 工业过氧碳酸钠包装方式

6.3.1 双瓦楞纸箱与塑料袋包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不小于 0.05 mm,每袋净重 500 g。外包装采用双瓦楞纸箱,其性能和试验方法应符合 GB/T 6543 中 2 类产品的规定。该产品每箱净重 20 kg 或根据用户要求确定包装的规格。

6.3.2 塑料编织袋与塑料袋包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度不小于 0.08 mm,外包装采用塑料编织袋,其性能和试验方法应符合 GB/T 8946A 型的规定。该产品每袋净重 20 kg 或根据用户要求确定包装的规格。

6.4 工业过氧碳酸钠包装程序

6.4.1 双瓦楞纸箱与塑料袋包装。内包装塑料袋使用热合封口机严密封口,外包装箱用牛皮纸或胶带纸封口,宽度为 80 mm~90 mm,长度须超过纸箱两端并下垂 50 mm~60 mm。

6.4.2 塑料编织袋与塑料袋包装。内包装塑料袋用维尼龙绳或其质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边,在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。针距 7 mm~12 mm,缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。

6.5 工业过氧碳酸钠在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮,不得与酸类物质混运。

6.6 工业过氧碳酸钠应贮存在阴凉、干燥通风处,防止雨淋、受潮。防止日晒,受热。不得与酸类物质混贮。贮存堆码层数极限高度不应高于 10 袋。

6.7 在符合本标准包装、运输、贮存条件下,该产品从出厂之日起 3 个月内,活性氧含量损失不应大于 0.5%。