



中华人民共和国国家标准

GB/T 23940—2009

工业过硫酸盐产品的分析方法

Analytical methods of persulfate products for industrial use



2009-06-02 发布

2010-02-01 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

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

— 本标准起草单位:中海油天津化工研究设计院、河北冀衡集团有限公司、陕西宝化科技有限责任公司。

本标准主要起草人:赵美敬、蔡景锋、焦银莉、赵万川。

本标准为首次发布。

工业过硫酸盐产品的分析方法

1 范围

本标准规定了工业过硫酸盐产品的安全提示、一般规定、过硫酸盐含量、pH 值、铁含量、氯化物含量、水分、锰含量、重金属含量、铵盐含量、灼烧残渣含量和水不溶物含量的分析方法。

本标准适用于工业过硫酸盐产品,包括过硫酸铵、过硫酸钾、过硫酸钠等。

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 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法 (ISO 6685:1982, IDT)

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

GB/T 9724 化学试剂 pH 值测定通则

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

4 一般规定

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—2008 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 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 之规定制备。

5 过硫酸盐含量的测定

5.1 方法提要

用碘化钾与过硫酸盐反应生成游离碘,在弱酸性溶液中,以淀粉作指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

5.2 试剂

5.2.1 碘化钾。

5.2.2 冰乙酸溶液:1+2。

5.2.3 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.2.4 可溶性淀粉指示液:5 g/L(使用期约为两周)。

5.3 分析步骤

称取约 0.3 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 碘量瓶中。加 30 mL 水使之溶解,加入 4 g 碘化钾,盖上瓶塞,摇匀,水封。在暗处放置 30 min,加入 2 mL 冰乙酸溶液和 25 mL 水,用硫代硫酸钠标

准滴定溶液滴定,滴定至接近终点时,加入 3 mL 淀粉指示液,继续滴定至溶液的蓝色消失为终点。同时进行空白试验。

空白试验除不加试样外,其他操作及加入试剂的种类和量(标准滴定溶液除外)与测定试验相同。

5.4 结果计算

过硫酸盐含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V - V_0)/1\,000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——过硫酸盐摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol), $M[1/2(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8] = 114.1$,
 $M(1/2\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8) = 135.2$, $M(1/2\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8) = 119.0$ 。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

6 pH 值的测定

6.1 试剂

无二氧化碳的水。

6.2 仪器、设备

酸度计:精度为 0.02pH 单位。

6.3 分析步骤

称取 5.00 ± 0.01 g 试样,置于 250 mL 烧杯中,加入约 25 °C 的 100 mL 无二氧化碳的水,待试样溶解后,按 GB/T 9724 的规定进行测定。

7 铁含量的测定

7.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

7.2 试剂

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

7.3 仪器、设备

7.3.1 瓷蒸发皿:容积为 50 mL。

7.3.2 恒温水浴。

7.3.3 分光光度计:配有 4 cm 比色皿。

7.4 分析步骤

7.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 规定,使用 4 cm 比色皿,绘制铁含量为 $10 \mu\text{g} \sim 100 \mu\text{g}$ 工作曲线。

7.4.2 试验溶液 A 的制备

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于瓷蒸发皿中,加少量水润湿,盖上表面皿,在恒温水浴上加热分解并蒸干。于电炉上缓缓加热至大量白烟开始逸出,冷却。用水溶解残渣,并将其全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于铁含量以及重金属含量的测定。

7.4.3 测定

用移液管移取适量试验溶液 A(过硫酸铵移取 50 mL,过硫酸钾移取 20 mL,过硫酸钠移取

25 mL),置于100 mL容量瓶中,以下按GB/T 3049—2006中6.4规定从“必要时,加水至60 mL……”开始进行操作。同时同样处理空白试验溶液。从工作曲线上查出相应的铁的质量。

7.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0)/1\,000}{m \times V/100} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶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);

V ——移取试验溶液A体积的数值,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值过硫酸铵、过硫酸钠不大于0.000 2%,过硫酸钾不大于0.000 5%。

8 氯化物含量的测定

8.1 方法提要

在酸性介质中,加入硝酸银溶液与氯离子生成白色的氯化银悬浊液,以目视比浊法与标准比浊溶液进行对比。

8.2 试剂

8.2.1 95%乙醇。

8.2.2 硝酸溶液:1+6。

8.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。

8.2.4 氯化物标准溶液:1 mL溶液含氯(Cl)0.010 mg。

移取1.00 mL按HG/T 3696.2要求配制的氯化物标准溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

8.3 分析步骤

称取适量试样(过硫酸铵称取 $2.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$,过硫酸钾、过硫酸钠称取 $0.50\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$),置于50 mL烧杯中,加入适量的水使之溶解。将溶液全部转移至50 mL比色管中,加入1 mL 95%乙醇,1 mL硝酸溶液和2 mL硝酸银溶液,用水稀释至刻度,轻轻摇匀,静置10 min后,于黑背景下与标准比浊溶液进行对比,其浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是按产品标准中规定的氯化物含量,用移液管移取规定量的氯化物标准溶液,与试料同时同样处理。

9 水分的测定

9.1 重量法(仲裁法)

9.1.1 仪器

9.1.1.1 称量瓶: $\phi 50\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 。

9.1.1.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $100\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

9.1.2 分析步骤

用已于 $100\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下干燥至质量恒定的称量瓶,称取约5 g试样,精确至0.000 2 g,置于电热恒温干燥箱内,在 $100\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 条件下干燥至质量恒定。

9.1.3 结果计算

水分以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——烘干前试料和称量瓶的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——烘干后试料和称量瓶的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03%。

9.2 快速测定仪器法

9.2.1 方法提要

样品在仪器内,随着温度的提高,样品中水分在不断蒸发,直到仪器内温度到达规定温度时,仪器自动显示水分含量。

9.2.2 仪器、设备

卤素快速水分测定仪或性能相当的快速水分测定仪;温度能控制在 $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$,结果分辨率为 0.01%。

9.2.3 分析步骤

使用快速水分测定仪中的天平称取约 3.5 g 试样,精确至 0.001 g,置于样品盘内,在 $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下测定,记录测定结果。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.03%。

10 锰含量的测定

10.1 方法提要

将试样完全溶解后,在酸性条件下加入硝酸银溶液使之呈现粉红色,以目视比色法与标准比色溶液进行对比。

10.2 试剂

10.2.1 磷酸。

10.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

10.2.3 锰标准溶液:1 mL 溶液含有锰(Mn)0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的锰标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

10.3 分析步骤

称取适量试样(过硫酸铵、过硫酸钠称取 $10.50\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$,过硫酸钾称取 $5.50\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$),置于 50 mL 烧杯中,加入适量的水使其溶解,并将其全部转移至 50 mL 比色管中,加入 0.5 mL 磷酸及 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 5 min,所呈现的粉红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是称取 $0.50\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试样及按产品标准中规定的锰含量,用移液管移取规定量的锰标准溶液,与试料同时同样处理。

11 重金属含量的测定

11.1 方法提要

试样在酸性介质中 pH 值 3~4 条件下,加入饱和硫化氢水溶液,将重金属转变成硫化物,所呈暗色以目视比色法测定。

11.2 试剂

11.2.1 氨水溶液:1+9。

11.2.2 冰乙酸溶液:1+2。

11.2.3 饱和硫化氢水:该溶液使用前配制。

11.2.4 铅标准溶液:1 mL 溶液含有铅(Pb)0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

11.2.5 酚酞指示液:10 g/L。

11.3 分析步骤

用移液管移取 20 mL 试验溶液 A(7.4.2),置于 50 mL 比色管中,加入 1~2 滴酚酞指示液,用氨水溶液中和至溶液呈微红色($\text{pH} \approx 7$),加水至约 25 mL,加入 0.5 mL 冰乙酸溶液及 10 mL 饱和硫化氢水,用水稀释至刻度,摇匀。放置 10 min,所呈暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是移取适量试样溶液 A(7.4.2)及按产品标准中规定的重金属含量,用移液管移取规定量的铅标准溶液,与试料同时同样处理。

12 铵盐含量的测定

12.1 方法提要

在碱性溶液中,纳氏试剂与游离氨或结合态铵生成黄色到棕红色难溶化合物,与标准比色溶液进行目视比色。

12.2 试剂

12.2.1 氢氧化钠溶液:100 g/L。

12.2.2 纳氏试剂。

12.2.3 铵标准溶液:1 mL 溶液含铵(NH_4)0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铵标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

12.3 分析步骤

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于 50 mL 烧杯中,加入适量的水使之溶解,将溶液全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 1.00 mL 上述试验溶液,置于 50 mL 比色管中,加水至约 25 mL,加入 2 mL 氢氧化钠溶液和 2 mL 纳氏试剂,用水稀释至刻度,摇匀。其颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是按产品标准中规定的铵盐含量,用移液管移取规定量的铵标准溶液,与试料同时同样处理。

13 灼烧残渣含量

13.1 方法提要

将试料在水浴上蒸干,缓慢加热分解后,于 $650^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ 条件下灼烧至质量恒定,计算得出结果。

13.2 仪器、设备

13.2.1 瓷坩埚:30 mL。

13.2.2 恒温水浴。

13.2.3 高温炉:温度能控制在 $650^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ 。

13.3 分析步骤

用已于 $650^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ 条件下灼烧至质量恒定的瓷坩埚,称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g。加少量水润湿,在恒温水浴上加热分解并蒸干。于电炉上缓缓加热至大量白烟开始逸出,再将瓷坩埚置于高温炉内,在 $650^\circ\text{C} \pm 50^\circ\text{C}$ 条件下灼烧至质量恒定。

13.4 结果计算

灼烧残渣以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：
 m_1 ——灼烧前试样和坩埚质量的数值，单位为克(g)；
 m_2 ——灼烧后残余物和坩埚质量的数值，单位为克(g)；
 m ——试料质量的数值，单位为克(g)。
取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.001%。

14 水不溶物含量

14.1 方法提要

将试样溶解于水中，将不溶物过滤，置于电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定，计算其水不溶物含量。

14.2 仪器、设备

14.2.1 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105℃±2℃。

14.2.2 玻璃砂坩埚：孔径 5 μm~15 μm。

14.3 分析步骤

称取约 20 g 试样，精确至 0.01 g，置于 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 沸水，使其溶解，冷却至室温。用已于 105℃±2℃条件下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤，用热水洗涤滤渣至无铵离子反应。将玻璃砂坩埚和水不溶物置于 105℃±2℃电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

14.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_5 计，数值以 % 表示，按式(5)计算：

$$w_5 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：
 m_1 ——玻璃砂坩埚和水不溶物的质量的数值，单位为克(g)；
 m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值，单位为克(g)；
 m ——试料质量的数值，单位为克(g)。
取平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.000 5%。