

ICS 71.060.01  
G 10



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23940—2009

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

中华人民共和国  
国家标准  
工业过硫酸盐产品的分析方法  
GB/T 23940—2009

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 13 千字  
2009年9月第一版 2009年9月第一次印刷

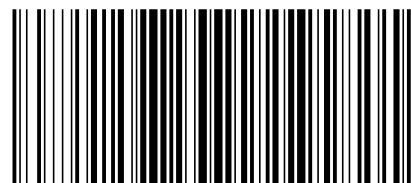
\*

书号: 155066·1-38705 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 23940-2009

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

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

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 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

14.2.2 玻璃砂坩埚:孔径 $5\text{ }\mu\text{m} \sim 15\text{ }\mu\text{m}$ 。

### 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 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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0.0005%。

## 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。

本标准首次发布。

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

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。

## 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试剂及制品的制备

### 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、试剂及制品，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