

ICS 71.060.50
G 12
备案号:41804—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2764—2013

代替 HG/T 2764 2008

工业过氧碳酸钠

Sodium percarbonate for industrial use

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 2764—2008《工业过氧碳酸钠》，与 HG/T 2764—2008 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

指标参数相应调整：低氧型活性氧含量由 11.0 %～13.0 %，调整为不小于 10.0 %；水分指标由不大于 2.0 %，调整为不大于 1.0 %；热稳定性指标由不小于 90 %，调整为不小于 70 %；包衣型湿稳定性指标由不小于 30 %，调整为不小于 50 %（2008 年版的 5.2，本版的 5.2）。

修改了水分试验方法（2008 年版的 6.6，本版的 6.6）。

修改了热稳定性试验方法（2008 年版的 6.9，本版的 6.9）。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会（SAC/TC63/SC1）归口。

本标准起草单位：浙江金科过氧化物股份有限公司、宏业生化股份有限公司、中海油天津化工研究院设计院、青岛碱业股份有限公司、无锡市万马化工有限公司、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：章伟新、陈志勇、李胜利、赵美敬、窦在英、吴荣庆、宋建德。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

HG/T 2764—1996、HG/T 2764—2008。

工业过氧碳酸钠

1 范围

本标准规定了工业过氧碳酸钠的分型、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本标准主要适用于添加在洗涤剂中作为漂白剂、杀菌剂。也可作为金属表面处理剂、氧气发生剂和纺织工业中的整染剂等的工业过氧碳酸钠。

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 190 危险货物包装标志

GB/T 191 2008 包装储运图示标志

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

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 2008 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

GB 12463 2009 危险货物运输包装通用技术条件

GB 19432 2009 危险货物大包装检验安全规范

GB/T 23769 2009 无机化工产品 水溶液中 pH 值测定通用方法

GB/T 23771 2009 无机化工产品中堆积密度的测定

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第1部分:标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第2部分:杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

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

相对分子质量:313.97(按2011年国际相对原子质量)

4 分型

工业过氧碳酸钠分为三种型号:非包衣型、包衣型、低氧型。

5 要求

5.1 外观:白色结晶或颗粒状固体。

5.2 工业过氧碳酸钠按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表 1 技术要求

项 目		指 标		
		非包衣型	包衣型	低氧型
活性氧(O)w/%	≥	13.5	13.0	10.0
铁(Fe)w/%	≤	0.001 5	0.001 5	0.001 5
水分(60℃)w/%	≤	1.0	1.0	1.0
堆积密度/(g/mL)		0.40~1.20	0.40~1.20	0.40~1.20
pH(30 g/L 水溶液)		10.0~11.0	10.0~11.0	10.0~11.0
热稳定性(90℃,24 h)/%	≥	70	70	70
湿稳定性/%	≥		50	
总磷(以 P ₂ O ₅ 计)w/%	≤	0.8	0.8	0.8

6 试验方法

6.1 警告

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。

6.2 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 的规定制备。

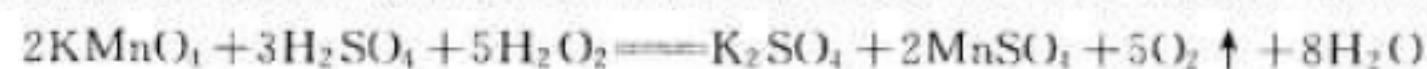
6.3 外观检验

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.4 活性氧含量的测定

6.4.1 方法提要

试料溶于水后分解成碳酸钠和过氧化氢,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:



6.4.2 试剂

6.4.2.1 硫酸溶液:1+3。

6.4.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.4.3 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中。加少量水润湿,加入约 25 mL 硫酸溶液使试样全部溶解。将试验溶液全部转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取 20.00 mL 试验溶液,置于锥形瓶中,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色,并在 30 s 内不褪色即为终点。

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。

6.4.4 结果计算

活性氧含量以氧(O)的质量分数 w_1 计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V-V_0)/1000]cM}{m \times 20/500} \times 100\% \quad \text{..... (1)}$$

式中:

V 滴定试验溶液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 空白试验所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c 高锰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m 试料质量的数值,单位为克(g);

M 氧($\frac{1}{2}O$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=7.998$)。

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0.1%。

6.5 铁含量的测定

6.5.1 方法提要

用抗坏血酸将试液中的三价铁还原成二价铁,在pH值为2~9时,二价铁离子可与邻菲罗啉生成橙红色络合物,使用分光光度计,于最大吸收波长510 nm处测量其吸光度。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(\frac{1}{5}KMnO_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.5.2.2 其他试剂同GB/T 3049—2006第4章。

6.5.3 仪器、设备

分光光度计:配有1 cm比色皿。

6.5.4 分析步骤

6.5.4.1 工作曲线的绘制

按GB/T 3049—2006中6.3的规定,使用1 cm比色皿,绘制铁含量为10 μg ~100 μg 的工作曲线。

6.5.4.2 测定

称取约2 g试样,精确至0.01 g,置于150 mL烧杯中。加入20 mL水溶解,加热使溶液微沸并蒸发至约10 mL。冷却后,用盐酸溶液调整溶液至pH值为2~3,滴加高锰酸钾标准滴定溶液,至溶液呈浅粉色。以下按GB/T 3049—2006中6.4的规定从“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。

6.5.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_2 计,按公式(2)计算:

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

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)。

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%。

6.6 水分的测定

6.6.1 方法提要

试料在60℃的真空干燥箱中放置2 h后取出,计算得出水分。

6.6.2 仪器、设备

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

6.6.2.2 真空泵。

6.6.2.3 真空表: -0.1 MPa 。

6.6.2.4 真空干燥箱:温度能控制在 $60^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

6.6.3 分析步骤

用已在 $-0.08\text{ MPa}\sim-0.09\text{ MPa}$ (真空表读数)和 $60\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的真空干燥箱中干燥至质量恒定的称量瓶,称取约 2 g 试样,精确至 $0.000\,2\text{ g}$ 。慢慢摇动称量瓶使试样厚度均匀,放入真空干燥箱中用真空泵抽取真空 $-0.08\text{ MPa}\sim-0.09\text{ MPa}$ (真空表读数),并保持此真空度,在 $60\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下,放置 2 h ,取出冷却至室温称量。

6.6.4 结果计算

水分以质量分数 w_3 计,按公式(3)计算:

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

式中:

m_1 干燥前试样和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_2 干燥后试样和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m 试样质量的数值,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 0.2% 。

6.7 堆积密度的测定

按照 GB/T 23771—2009 中的规定进行测定。

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 0.02 g/mL 。

6.8 pH 的测定

6.8.1 仪器、设备

酸度计:精度为 0.02 pH 单位。

6.8.2 分析步骤

称取 $3.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 150 mL 烧杯中,加入约 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的 100 mL 无二氧化碳的水,待试样溶解后,以下按 GB/T 23769—2009 中 8.3 的规定进行测定。

6.9 热稳定性的测定

6.9.1 方法提要

试样在 $90\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下烘 24 h 后,得出的活性氧含量与在常温下测定的活性氧含量之比,即为试样的热稳定性。

6.9.2 仪器、设备

6.9.2.1 具塞试管: 50 mL 。

6.9.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $90\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.9.3 分析步骤

称取 50 g 试样,精确至 0.1 g ,置于试管中,盖上塞子,放在试管架中,置于电热恒温干燥箱中,在 $90\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 条件下烘 24 h ,取出冷却后,倒置于烧杯中,摇匀。以下按 6.4.3 中的规定测定活性氧含量,按 6.4.4 中的规定计算活性氧含量,以 w_4 计。

6.9.4 结果计算

热稳定性以 w_5 计,按公式(4)计算:

$$w_5 = \frac{w_4}{w_1} \times 100\% \quad (4)$$

式中:

w_4 ——按 6.9.3 条测得的烘 24 h 后的活性氧含量的数值,以 $\%$ 表示;

w_1 ——按 6.4.3 条测得的活性氧含量的数值,以 $\%$ 表示。

w_4 是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% 。

6.10 湿稳定性的测定

6.10.1 方法提要

试料在一定温度和湿度下,失去部分活性氧,确定剩余的活性氧含量与在常温下测定的活性氧含量之比,即为试料的湿稳定性。

6.10.2 试剂

6.10.2.1 硫酸溶液:1+3。

6.10.2.2 4A沸石(在电热恒温干燥箱中,于温度 105℃~110℃条件下,干燥至质量恒定的 4A沸石)。

6.10.2.3 高锰酸钾标准滴定溶液: $c\left(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4\right)\approx 0.1\text{ mol/L}$ 。

6.10.2.4 氯化钾饱和溶液:按表 2 要求配制,以制备相对湿度的空气。

表 2

相对湿度/%	约 83
氯化钾溶液浓度/%	饱和溶液
环境温度/℃	32±2

6.10.3 仪器、设备

6.10.3.1 带盖的塑料瓶:100 mL。

6.10.3.2 培养皿:φ85 mm。

6.10.3.3 柱形铁块:3 kg。

6.10.3.4 密闭容器:φ185 mm。

6.10.3.5 电热恒温干燥箱:温度能控制在 32℃±2℃。

6.10.4 分析步骤

按表 2 要求配制氯化钾饱和溶液,氯化钾饱和溶液的用量为每一试样 100 mL 以上。置于密闭容器中,每个密闭容器中最多放置 2 个培养皿,使密闭容器内保持 RH 83 % 的相对湿度。

称取约 15 g 试样,精确至 0.01 g。再称取约 15 g 4A 沸石,精确至 0.01 g,两者放入带盖的塑料瓶中,用力上下摇动 30 次,使之混合均匀。将上述混合均匀的试料置于培养皿中,压平(柱形铁块压 10 s)。将培养皿放入密闭容器中,将密闭容器置于电热恒温干燥箱中,在 32℃±2℃ 条件下放置 48 h 后,将培养皿内全部试料置于 1 000 mL 烧杯中,加入约 100 mL 硫酸溶液,以及 400 mL 水,搅拌使其溶解,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

移取 25.00 mL 上述溶液,置于 250 mL 锥形瓶中,加入 25 mL 硫酸溶液,用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈粉红色,并在 30 s 内不褪色即为终点。

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。

6.10.5 结果计算

湿稳定性以 w_6 计,按公式(5)计算:

$$w_6 = \frac{\frac{[(V-V_0)/1\,000]cM}{m \times 25/1\,000}}{w_t/100} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验所消耗的高锰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——高锰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——氧($\frac{1}{2}\text{O}$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=7.998$);

w_1 ——按 6.4.3 条测得的活性氧含量数值,以%表示。

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 1.5%。

6.11 总磷含量的测定

6.11.1 方法提要

试验溶液加热赶净活性氧后,取一定体积的试验溶液加入钼酸铵-硫酸溶液和抗坏血酸溶液,在沸水浴中加热 45 min,聚磷酸盐水解成正磷酸盐并生成磷钼蓝,使用分光光度计,于最大吸收波长 650 nm 处测量其吸光度。

6.11.2 试剂

6.11.2.1 钼酸铵-硫酸溶液:

称取约 7.2 g 四水合钼酸铵,精确至 0.01 g,置于 500 mL 烧杯中,加入 400 mL 10 mol/L 硫酸溶液,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液中硫酸 ($\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4$) 浓度为 4 mol/L,含氧化钼 (MoO_3) 6 g/L。

6.11.2.2 抗坏血酸溶液:25 g/L:

称取约 2.5 g 抗坏血酸,精确至 0.01 g,置于 150 mL 烧杯中,加入 100 mL 水溶解,贮存于棕色玻璃瓶中,放于冰箱内保存,保质期 2 d~3 d。

6.11.2.3 五氧化二磷标准储备溶液:1 mL 溶液含五氧化二磷 (P_2O_5) 1.00 mg:

称取在 110℃ 电热恒温干燥箱中干燥 2 h 的磷酸二氢钾 1.917 g,精确至 0.000 2 g,加水溶解,全部转移至 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.11.2.4 五氧化二磷标准溶液:1 mL 溶液含五氧化二磷 (P_2O_5) 0.010 mg:

移取 1.00 mL 按 6.11.2.3 要求配制的五氧化二磷标准储备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.11.3 仪器、设备

6.11.3.1 沸水浴。

6.11.3.2 分光光度计:配有 2 cm 比色皿。

6.11.4 分析步骤

6.11.4.1 工作曲线的绘制

取 6 个 100 mL 烧杯,用移液管分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 五氧化二磷标准溶液,加水至约 25 mL。加入 10 mL 钼酸铵-硫酸溶液和 2 mL 抗坏血酸溶液,置于沸水浴中加热 45 min,冷却。全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。使用 2 cm 比色皿,以水作参比溶液,在分光光度计上于波长 650 nm 处测其吸光度。从每个标准比色液的吸光度中减去空白溶液的吸光度,以五氧化二磷的质量为横坐标,所对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.11.4.2 测定

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 150 mL 烧杯中。用水溶解并加热赶净活性氧后,冷却。全部转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取 5.00 mL 上述溶液,置于 100 mL 烧杯中,加 15 mL 水,以下按 6.11.4.1 中的规定从“加入 10 mL 钼酸铵-硫酸溶液……”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五氧化二磷质量。

6.11.5 结果计算

总磷含量以五氧化二磷 (P_2O_5) 的质量分数 w_7 计,按公式(6)计算:

$$w_7 = \frac{(m_1 - m_0) / 1\,000}{m \times 5 / 500} \times 100\% \quad (6)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中五氧化二磷质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中五氧化二磷质量的数值,单位为毫克(mg);

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 0.01 %。

7 检验规则

7.1 本标准规定的所有指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一级别的工业过氧碳酸钠为一批。每批产品不超过 60 t。

7.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至不少于 2 kg,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶或塑料袋中,密封。瓶或袋上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、型号、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品,另一份保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

7.4 检验结果如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

7.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

8.1 工业过氧碳酸钠包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、型号、净含量、批号(或生产日期)、保质期、本标准编号及 GB 190 规定的“氧化性物质”标志和 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

8.2 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、型号、净含量、批号(或生产日期)、保质期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业过氧碳酸钠采用塑料编织袋及复合纸袋两种包装方式。内包装均采用聚乙烯塑料薄膜袋,内袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外包装一种采用塑料编织袋,另一种采用复合纸袋,外袋用维尼龙线或其他质量相当的线缝口,牢固缝合。包装方式按 GB 12463—2009 以及 GB 19432—2009 的规定。每袋净含量 25 kg、50 kg 或根据用户要求协商确定净含量。

9.2 工业过氧碳酸钠在运输过程中应有遮盖物,保持包装的密封性,防止日晒、雨淋、受潮。禁止与酸类、易燃物、有机物、还原剂、自燃物品、遇湿易燃物品等混运。

9.3 工业过氧碳酸钠应贮存在阴凉、通风的库房。防止日晒、雨淋、受潮,贮存温度不得超过 40 ℃。禁止与酸类、易燃物、有机物、还原剂、自燃物品、遇湿易燃物品等混贮。

9.4 工业过氧碳酸钠在符合标准包装、运输、贮存条件下,自生产之日起保质期不少于 12 个月。

10 安全

10.1 工业过氧碳酸钠与可燃材料如木、草、棉花、糖或植物油混合时易着火并猛烈燃烧。粉尘刺激眼睛和黏膜。

10.2 工业过氧碳酸钠的消防方法:用大量水或砂土灭火。

10.3 工业过氧碳酸钠的泄漏应急处理:戴好防护用品,用水冲洗,再用湿布擦净。经稀释的污水放入废水系统。

10.4 工业过氧碳酸钠与眼睛接触后应用水冲洗,与皮肤接触后应用水冲洗,并用肥皂彻底洗涤。误服立即漱口,送医院急救。

HG/T 2764—2013

中华人民共和国
化工行业标准
工业过氧碳酸钠
HG/T 2764 2013

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张34 字数16千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1626

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:12.00元

版权所有 违者必究