



中华人民共和国国家标准

GB/T 6009—2014
代替 GB/T 6009—2003

工业无水硫酸钠

Anhydrous sodium sulfate for industrial use

2014-07-08 发布

2014-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 6009—2003《工业无水硫酸钠》，与 GB/T 6009—2003 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 对产品的技术要求进行了调整，提高了 I 类优等品的要求，同时增加产品水溶液 (50 g/L) 的 pH 要求 (见 5.2, 2003 年版的 4.2)；
- 钙和镁含量的测定方法中增加了原子吸收法 (见 6.5, 2003 年版的 5.5)；
- 氯化物含量的测定中增加了银量法 (见 6.6, 2003 年版的 5.6)；
- 增加了 pH 的测定方法 (见 6.10)。

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/TC 63/SC 1) 归口。

本标准起草单位：湖南衡阳新澧化工有限公司、中海油天津化工研究设计院、南风化工集团股份有限公司、四川省川眉芒硝有限责任公司、四川省洪雅青衣江元明粉有限公司、桐柏明星化工有限公司、和昌(彭山)化工有限公司、江苏银珠化工集团有限公司、国家盐化工产品质量监督检验中心(江苏)。

本标准主要起草人：刘建、陆思伟、陈爱兵、邹华容、黄贵芳、吴国玉、周肇刚、王以贵、陈长毅。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 6009—1985、GB/T 6009—1992、GB/T 6009—2003。

工业无水硫酸钠

1 范围

本标准规定了工业无水硫酸钠分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业无水硫酸钠。该产品主要用于蓄电池、光学玻璃、印染、合成洗涤剂、维尼纶、染料、普通玻璃、造纸工业、纤维生产及无机盐等工业原料等。

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/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 3051—2000 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—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/T 23769—2009 无机化工产品 水溶液中 pH 值测定通用方法

GB/T 23774—2009 无机化工产品 白度测定的通用方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 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、制剂及制品的制备 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、制剂及制品的制备 第 3 部分:制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式:Na₂SO₄。

相对分子质量:142.02(按 2011 年国际相对原子质量)。

4 分类

根据工业无水硫酸钠的用途不同,将其分为三类:

——Ⅰ类优等品,主要用于蓄电池、光学玻璃、印染、合成洗涤剂、维尼纶、纤维生产等;

——Ⅱ类,主要用于普通玻璃、染料、造纸等工业;

——Ⅲ类,主要用于无机盐等工业原料等。

5 要求

5.1 外观：工业无水硫酸钠为白色结晶颗粒。

5.2 工业无水硫酸钠应符合表 1 要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标					
	I 类		II 类		III 类	
	优等品	一等品	一等品	合格品	一等品	合格品
硫酸钠(Na_2SO_4) $w/\%$	≥ 99.6	99.0	98.0	97.0	95.0	92.0
水不溶物 $w/\%$	≤ 0.005	0.05	0.10	0.20	—	—
钙和镁(以 Mg 计) $w/\%$	$\leq$ —	0.15	0.30	0.40	0.6	—
钙(Ca) $w/\%$	≤ 0.01	—	—	—	—	—
镁(Mg) $w/\%$	≤ 0.01	—	—	—	—	—
氯化物(以 Cl 计) $w/\%$	≤ 0.05	0.35	0.70	0.90	2.0	—
铁(Fe) $w/\%$	$\leq 0.000\ 5$	0.002	0.010	0.040	—	—
水分 $w/\%$	≤ 0.05	0.20	0.5	1.0	1.5	—
白度(R457)/%	≥ 88	82	82	—	—	—
pH(50 g/L 水溶液, 25 °C)	6~8	—	—	—	—	—

6 试验方法

警告：本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作者应小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。使用易燃品时，严禁使用明火加热。

6.1 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，在没有注明其他要求时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 规定制备。

6.2 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。

6.3 硫酸钠含量的测定

6.3.1 重量法(仲裁法)

6.3.1.1 方法提要

用水溶解试料并过滤不溶物，在酸性条件下，加入氯化钡与试验溶液中的硫酸根离子生成硫酸钡沉淀，过滤、灰化、灼烧、称量、计算。

6.3.1.2 试剂

6.3.1.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.3.1.2.2 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液:122 g/L。

6.3.1.2.3 硝酸银溶液:20 g/L。

6.3.1.3 仪器

高温炉:温度能控制在 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 。

6.3.1.4 分析步骤

6.3.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,加热溶解。将溶液用中速定量滤纸过滤至 500 mL(V_1)容量瓶中,用水洗涤至无硫酸根离子为止(用氯化钡溶液检验)。冷却,用水稀释至刻度,摇匀。

6.3.1.4.2 测定

用移液管移取 25 mL(V_2)试验溶液,置于 500 mL 烧杯中,加 5 mL 盐酸溶液和 270 mL 水,加热至微沸。在搅拌下滴加 10 mL 氯化钡溶液,滴加时间约需 1.5 min,继续搅拌并保持微沸 2 min~3 min,盖上表面皿,继续保持微沸 5 min。然后将烧杯置于沸水浴上保温 2 h。取出烧杯后冷却至室温,用慢速定量滤纸过滤,用温水洗涤沉淀至无氯离子为止(取 5 mL 洗涤液,加 5 mL 硝酸银溶液混匀,放置 5 min 不出现混浊)。将沉淀连同滤纸转移至已于 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,在电炉上烘干并灰化。置于高温炉中,在 $800\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定。

6.3.1.5 结果计算

硫酸钠含量以硫酸钠(Na_2SO_4)的质量分数 w_1 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.608\ 6}{m \times V_2/V_1} \times 100\% - 5.844w_3 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_1 ——6.3.1.4.1 中试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——6.3.1.4.2 中移取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m_1 ——硫酸钡沉淀及瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

w_3 ——按 6.5 测得的钙和镁(以 Mg 计)含量的准确数值;

0.608 6——硫酸钡换算为硫酸钠的系数;

5.844 ——钙和镁换算为硫酸钠的系数。

取两次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%。

6.3.2 计算法

6.3.2.1 方法提要

从 100 中减去水不溶物、硫酸镁、氯化钠、硫酸铁、水分以及酸度或碱度的质量分数,即得硫酸钠含量。

6.3.2.2 结果计算

硫酸钠含量以硫酸钠(Na_2SO_4)的质量分数 w_1 计,按式(2)计算:

$$w_1 = 100\% - (w_2 + 4.951w_3 + 1.648w_4 + 3.580w_5 + w_6 + w_7) \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- w_2 ——按 6.4 测得的水不溶物质量分数的准确数值;
- w_3 ——按 6.5 测得的钙和镁(以 Mg 计)质量分数的准确数值;
- w_4 ——按 6.6 测得的氯化物(以 Cl 计)质量分数的准确数值;
- w_5 ——按 6.7 测得的铁(Fe)质量分数的准确数值;
- w_6 ——按 6.8 测得的水分的质量分数的准确数值;
- w_7 ——按 6.11 测得的酸度(以 H_2SO_4 计)或碱度(以 Na_2CO_3 计)质量分数的准确数值;
- 4.951——镁(Mg)换算为硫酸镁(MgSO_4)的系数;
- 1.648——氯(Cl)换算为氯化钠(NaCl)的系数;
- 3.580——铁(Fe)换算为硫酸铁 $[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3]$ 的系数。

6.4 水不溶物含量的测定

6.4.1 仪器

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

6.4.1.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $105\ ^\circ\text{C} \pm 2\ ^\circ\text{C}$ 。

6.4.2 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 100 mL 水,加热溶解。使用清洁、干燥的抽滤瓶,用已于 $105\ ^\circ\text{C} \pm 2\ ^\circ\text{C}$ 烘干至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤。用水洗涤至无硫酸根离子为止,用氯化钡溶液(见 6.3.1.2.2)检验。将玻璃砂坩埚置于电热恒温干燥箱中,于 $105\ ^\circ\text{C} \pm 2\ ^\circ\text{C}$ 下烘干至质量恒定。

滤液冷却后转移至 500 mL(V_1)容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,保留此溶液用于钙和镁含量滴定法的测定和氯化物含量的测定。

6.4.3 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_2 计,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- m_1 ——水不溶物及玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次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 I 类优等品不大于 0.000 5%, I 类一等品不大于 0.005%, II 类不大于 0.01%。

6.5 钙和镁含量的测定

6.5.1 原子吸收法(仲裁法)

6.5.1.1 方法提要

试料溶解后,在硝酸介质中,利用释放剂氯化镧和消电离剂氯化铯消除电离干扰,钙、镁离子分别在

波长 422.6 nm 和 286.2 nm 下,用火焰原子吸收分光光度计进行测定。

6.5.1.2 试剂

6.5.1.2.1 硝酸溶液:1+9。

6.5.1.2.2 氯化镧溶液:0.1 g/L。

6.5.1.2.3 氯化铯溶液:0.4 g/L。

6.5.1.2.4 钙标准溶液:1 mL 溶液含钙(Ca)0.010 mg,用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钙标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.1.2.5 镁标准溶液:1 mL 溶液含镁(Mg)0.010 mg,用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5.1.2.6 水:符合 GB/T 6682—2008 中规定的二级水。

6.5.1.3 仪器

火焰原子吸收分光光度计:配备有钙、镁阴极空心灯。

6.5.1.4 分析步骤

6.5.1.4.1 试验溶液的制备

称取一定量试样(I类优等品称取约 10 g、I类一等品称取约 1 g、II类称取约 0.5 g、III类称取约 0.3 g)试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加 50 mL 水、20 mL 硝酸溶液,加热溶解后继续煮沸 5 min,冷却后全部转移至 500 mL(V_1)容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤备用。

6.5.1.4.2 工作曲线的绘制

用移液管移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 钙、镁标准溶液,分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中,加 1.0 mL 硝酸溶液、2.0 mL 氯化镧溶液和 1.5 mL 氯化铯溶液用,用水稀释至刻度,摇匀。钙在 422.6 nm 波长、镁在 286.2 nm 波长下,以水为参比调节仪器,用火焰原子吸收分光光度计进行测定。以钙、镁的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.5.1.4.3 测定

用移液管移取 25 mL(V_2)试验溶液,置于 100 mL 容量瓶中,加 2.0 mL 氯化镧溶液和 1.5 mL 氯化铯溶液,用水稀释至刻度,摇匀。与标准溶液一同测定。根据试样溶液的吸光度从工作曲线上查得试样中的钙和镁质量。

6.5.1.5 结果计算

钙含量以钙(Ca)的质量分数 w_{Ca} 计,按式(4)计算:

$$w_{Ca} = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times (V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V_1 ——6.5.1.4.1 中试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——6.5.1.4.3 中移取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m_1 ——从工作曲线上查得试验溶液中钙的质量的数值,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 0.002%。

镁含量以镁(Mg)的质量分数 w_{Mg} 计,按式(5)计算:

$$w_{\text{Mg}} = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times (V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

V_1 ——6.5.1.4.1 中试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——6.5.1.4.3 中移取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

m_1 ——从工作曲线上查得试验溶液中镁的质量的数值,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 0.002%。

钙和镁含量以镁(Mg)的质量分数 w_3 计,按式(6)计算:

$$w_3 = 0.606w_{\text{Ca}} + w_{\text{Mg}} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

w_{Ca} ——按 6.5.1.4.3 中测得的钙(Ca)质量分数的准确数值;

w_{Mg} ——按 6.5.1.4.3 中测得的镁(Mg)质量分数的准确数值;

0.606 ——钙(Ca)换算为镁(Mg)的系数。

6.5.2 滴定法

6.5.2.1 方法提要

以铬黑 T 为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定试验溶液中的钙和镁。

6.5.2.2 试剂

6.5.2.2.1 三乙醇胺溶液:1+3。

6.5.2.2.2 硫化钠溶液:20 g/L。

6.5.2.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液甲:pH≈10。

6.5.2.2.4 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液: $c(\text{EDTA}) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。

6.5.2.2.5 铬黑 T 指示剂。

6.5.2.3 仪器

微量滴定管:分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

6.5.2.4 分析步骤

用移液管移取 25 mL(V_2)试验溶液 A(见 6.4.2),置于 250 mL 锥形瓶中,加 25 mL 水、2 mL 三乙醇胺溶液,如存在铜的干扰再加入 1 mL 硫化钠溶液。加入 5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲和约 0.1 g 铬黑 T 指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为蓝色即为终点。

6.5.2.5 结果计算

钙和镁含量以镁(Mg)的质量分数 w_3 计,按式(7)计算:

$$w_3 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m \times (V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中:

V ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——6.4.2 中试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——6.5.2.4 中移取试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——6.4.2 中试验溶液 A 中所含试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——镁的摩尔质量的数值($M=24.3$),单位为克每摩尔(g/mol)。

取两次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%。

6.6 氯化物含量的测定

6.6.1 汞量法(仲裁法)

6.6.1.1 方法提要

以二苯偶氮碳酰肼为指示剂,用硝酸汞溶液滴定试验溶液中的氯离子。

6.6.1.2 试剂

同 GB/T 3051—2000 第 4 章。

6.6.1.2.1 参比溶液的制备

在 250 mL 锥形瓶中加 100 mL 水和 3 滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液(1 mol/L)至由蓝色变为黄色并过量 5 滴。加入 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,使用微量滴定管,用 0.05 mol/L 硝酸汞标准滴定溶液滴定至紫红色,记录所用体积。此溶液在使用前制备。

6.6.1.3 仪器

微量滴定管:分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

6.6.1.4 分析步骤

用移液管移取 25 mL(V_2)试验溶液 A(见 6.4.2),置于 250 mL 锥形瓶中,加水至 100 mL,加 3 滴溴酚蓝指示液。如溶液呈蓝色,则滴加硝酸溶液(1 mol/L)至溶液变为黄色并过量 1 mL,如溶液呈黄色,则滴加氢氧化钠溶液(1 mol/L)至溶液变为蓝色,再滴加硝酸溶液(1 mol/L)至溶液变为黄色并过量 1 mL。加 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,用 0.05 mol/L 硝酸汞标准滴定溶液滴定至与参比溶液相同的紫红色即为终点。含汞废液的处理按 GB/T 3051—2000 附录 D 进行操作。

6.6.1.5 结果计算

氯化物以氯(Cl)的质量分数 w_4 计,按式(8)计算:

$$w_4 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m(V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

V ——测定时消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——制备参比溶液时消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——6.4.2 中试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——6.6.1.4 中移取试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸汞标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——6.4.2 中试验溶液 A 中所含试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——氯的摩尔质量的数值($M=35.45$),单位为克每摩尔(g/mol)。

取两次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 I 类优等品不大于 0.005%, I 类一等品、II 类不大于 0.02%, III 类不大于 0.05%。

6.6.2 银量法

6.6.2.1 方法提要

在中性或微碱性条件下,以铬酸钾为指示剂,用硝酸银标准滴定溶液滴定试验溶液中的氯离子。

6.6.2.2 试剂

6.6.2.2.1 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

6.6.2.2.2 铬酸钾溶液:100 g/L。

6.6.2.3 仪器、设备

微量滴定管:分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

6.6.2.4 分析步骤

用移液管移取 25 mL(V_2)试验溶液 A(见 6.4.2),置于 250 mL 锥形瓶中,加水至约 100 mL,加 0.5 mL 铬酸钾溶液。用硝酸银标准滴定溶液滴定至溶液生成砖红色悬浮物不消失即为终点。

6.6.2.5 结果计算

氯化物以氯(Cl)的质量分数 w_4 计,按式(9)计算:

$$w_4 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m \times (V_2/V_1)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

V ——硝酸银标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——6.4.2 中试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——6.6.2.4 中移取试验溶液 A 的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——6.4.2 中试验溶液 A 中所含试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——氯的摩尔质量的数值($M=35.45$),单位为克每摩尔(g/mol)。

取两次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 I 类优等品不大于 0.005%, I 类一等品、II 类不大于 0.02%, III 类不大于 0.05%。

6.7 铁含量的测定

6.7.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.7.2 试剂

6.7.2.1 盐酸。

6.7.2.2 氨水溶液:1+1。

其他同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.7.3 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为 2 cm 和 5 cm 的比色皿。

6.7.4 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定,使用 2 cm 和 5 cm 的比色皿及相应的铁标准溶液,分别绘制工作曲线。

6.7.5 分析步骤

6.7.5.1 试验溶液的制备

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中。加 50 mL 水和 25 mL 盐酸(见 6.7.2.1),加热至沸并完全溶解,继续煮沸 5 min。冷却后全部转移到 500 mL(V_1)容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。干过滤备用。

6.7.5.2 空白试验溶液的制备

在 250 mL 烧杯中加 50 mL 水和 25 mL 盐酸(见 6.7.2.1),加热煮沸 5 min。冷却后转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

6.7.5.3 测定

用移液管移取表 2 规定量的试验溶液以及相同量的空白试验溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中,用氨水溶液(见 6.7.2.2)调到 pH 为 2(用精密试纸检验),加 2.5 mL 抗坏血酸溶液、10 mL 缓冲溶液、5 mL 邻菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置时间不少于 15 min。

按表 2 规定选取相应厚度的比色皿,按 GB/T 3049—2006 中 6.4.2 的规定测量吸光度。

表 2 比色皿厚度选取表

试料等级	I 类	II 类、III 类
移取试验溶液体积(V)/mL	50	
比色皿厚度/cm	5	2

6.7.6 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_5 计,按式(10)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times V/V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

m_1 ——测得的试验溶液吸光度减去空白试验溶液的吸光度后从工作曲线上查出的铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

V ——6.7.5.3 中移取试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——6.7.5.1 中试验溶液的体积的数值,单位为毫升(mL)。

取两次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 I 类优等品不大于 0.000 1%, I 类一等品不大于 0.000 5%, II 类不大于 0.001%。

6.8 水分的测定

6.8.1 仪器

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

6.8.1.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.8.2 分析步骤

用已于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干至质量恒定的称量瓶称取 $5\text{ g}\sim 20\text{ g}$ 试样,精确至 $0.000\text{ }2\text{ g}$,置于电热恒温干燥箱中,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘干至质量恒定。

6.8.3 结果计算

水分的质量分数 w_6 按式(11)计算:

$$w_6 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

m_1 ——干燥后试料质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

取两次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 I 类产品不大于 0.005% , I 类一等品、II 类和 III 类优等品不大于 0.02% , III 类一等品不大于 0.05% 。

6.9 白度的测定

6.9.1 仪器

同 GB/T 23774—2009 第 4 章。

6.9.2 分析步骤

按 GB/T 23774—2009 第 5 章的规定进行测定。

6.9.3 结果计算

按 GB/T 23774—2009 中 6.1 的规定进行计算。

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 0.6% 。

6.10 pH 的测定

6.10.1 原理

同 GB/T 23769—2009 第 3 章。

6.10.2 试剂

同 GB/T 23769—2009 中 6.3、6.5。

6.10.3 分析步骤

称取 $5\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样,置于 150 mL 烧杯中。加 50 mL 无二氧化碳的水溶解,用无二氧化碳的水稀释至 100 mL ,混匀。

以下步骤按 GB/T 23769—2009 中 8.2、8.3 进行测定。

6.11 酸度或碱度的测定

6.11.1 方法提要

将试料溶于水,以甲基红为指示剂,加入已知量的过量硫酸溶液,煮沸赶掉二氧化碳,用氢氧化钠标

准滴定溶液滴定。

6.11.2 试剂

6.11.2.1 硫酸标准溶液： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.11.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

6.11.2.3 甲基红乙醇指示液：1 g/L。

6.11.3 分析步骤

称取约 10 g 试样，精确至 0.01 g，置于 500 mL 锥形瓶中。加 100 mL 水溶解，加入 5 滴甲基红指示液。如果溶液呈红色，则用滴定管加入约 10 mL 硫酸标准溶液；如果溶液呈黄色，则用硫酸标准溶液滴定至溶液恰呈红色，再加入约 10 mL 硫酸标准溶液。

煮沸 5 min。将溶液冷却至约 60 °C，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液恰呈黄色即为终点。

测定后进行空白试验，空白试验中所加入硫酸标准溶液体积应与测定时完全相同。

6.11.4 结果计算

6.11.4.1 若 V_1 大于 V_2 ，则计算以 H_2SO_4 表示的酸度。酸度以硫酸(H_2SO_4)的质量分数 w_7 计，按式(12)计算：

$$w_7 = \frac{(V_1 - V_2)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中：

V_1 ——测定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2 ——空白试验时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

M ——硫酸($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$)的摩尔质量的数值($M=49.00$)，单位为克每摩尔(g/mol)。

6.11.4.2 若 V_2 大于 V_1 ，则计算以 Na_2CO_3 表示的碱度。碱度以碳酸钠(Na_2CO_3)的质量分数 w_7 计，按式(13)计算：

$$w_7 = \frac{(V_2 - V_1)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(13)$$

式中：

V_1 ——测定时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_2 ——空白试验时消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——试料的质量的数值，单位为克(g)；

M ——碳酸钠($1/2\text{Na}_2\text{CO}_3$)的摩尔质量的数值($M=53.00$)，单位为克每摩尔(g/mol)。

取两次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%。

7 检验规则

7.1 检验采用型式检验和出厂检验：

a) 所有指标项目均为型式检验项目。在正常生产情况下，每 3 个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，应进行型式检验：

——更新关键生产工艺；

- 主要原料有变化；
- 停产又恢复生产；
- 与上次型式检验有较大差异；
- 合同规定。

b) I类、Ⅲ类产品规定的所有项目和Ⅱ类产品规定的硫酸钠含量、钙和镁含量、氯化物含量、白度四项指标为出厂检验项目，应逐批检验。

7.2 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规格的工业无水硫酸钠为一批。每批产品不超过1 000 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插入至料层深度的3/4处采样。将所采的样品混匀，用四分法缩分至约500 g，分装入两个干燥、清洁的广口瓶或塑料袋中，密封。瓶或袋上粘贴标签，注明生产厂名称、产品名称、类别、等级、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，复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时，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 标志和标签

8.1 工业无水硫酸钠包装袋上应有牢固清晰的标志，内容包括生产厂名、厂址、产品名称、类别、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及GB/T 191—2008中规定的“怕雨”标志。

8.2 每批出厂的工业无水硫酸钠均应附有质量证明书，内容包括生产厂名、厂址、产品名称、类别、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号。

9 包装、运输和贮存

9.1 工业无水硫酸钠采用内衬聚乙烯塑料袋，外套塑料编织袋包装；或采用覆膜塑料编织袋、防潮复合纸袋包装。内袋热合或扎口，外袋应牢固缝合。每袋净含量25 kg、50 kg、100 kg、400 kg、1 000 kg。

9.2 工业无水硫酸钠在运输过程中应有遮盖物，防止包装损坏，防止雨淋、受潮。

9.3 工业无水硫酸钠应贮存于阴凉干燥处，防止雨淋、受潮。
