

中华人民共和国国家标准

GB 19106—2013
代替 GB 19106—2003

次氯酸钠

Sodium hypochlorite

2013-11-27 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
中国国家标准化管理委员会

发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
次 氯 酸 钠

GB 19106—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 18 千字
2014年1月第一版 2014年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-48136

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)68510107

前 言

本标准表 1 中的重金属、砷指标和第 7 章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB 19106—2003《次氯酸钠溶液》,与 GB 19106—2003 相比,主要技术变化如下:

- 修改了部分规范性引用文件(见第 2 章,2003 年版的第 2 章);
- A 型增加了 A-I 规格(见 3.2,2003 年版的 3.2);
- 强制性要求不同(见 3.2 和第 7 章,2003 年版的 3.2、第 7 章和第 8 章);
- 修改了测定铁含量时,调整分光光度计零点用溶液(见 5.5.4.1.2,2003 年版的 5.3.4.1.2);
- 增加“硫化钠溶液”沉淀剂(见 5.6.2.5 和 5.6.4.4,2003 年版的 5.4.4.3);
- 完善了重金属测定的分析步骤(见 5.6.4);
- 修改了检验规则(见第 6 章,2003 年版的第 6 章);
- 增加了“生产许可证标志、安全标签和 GB/T 191 中规定的‘向上’标志”的要求(见 7.1.1,2003 年版的 7.1);
- 增加了“每批出厂的次氯酸钠都应附有安全技术说明书”的要求(见 7.1.2);
- 修改了质量证明内容(见 7.1.2,2003 年版的 6.3);
- 删除了“安全”章,将相关内容以警示语的形式放置标准名称后面(2003 年版的第 8 章)。

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氯碱分会(SAC/TC 63/SC 6)归口。

本标准起草单位:杭州电化集团有限公司、福建涓洲湾氯碱工业有限公司、山东大地盐化集团有限公司、滨化集团股份有限公司、锦西化工研究院。

本标准主要起草人:陈沛云、王建英、姜文峰、田启祥、张忠正、朱长健、李富荣、胡立明。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 19106—2003。

次氯酸钠

警告:次氯酸钠具有强腐蚀性,操作者应采取适当的安全和健康措施,接触人员应佩戴防护眼镜、耐酸碱手套等防护用品。

1 范围

本标准规定了次氯酸钠的要求、采样、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。
本标准适用于氢氧化钠经氯化而制得的次氯酸钠。

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 包装储运图示标志(GB/T 191—2009,ISO 780:1997,MOD)

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 19107 次氯酸钠溶液包装要求

3 要求

3.1 外观:浅黄色液体。

3.2 次氯酸钠应符合表1的要求。

表1 次氯酸钠的技术要求

项 目	型 号 规 格					
	A ^a			B ^b		
	I	II	III	I	II	III
	指 标					
有效氯(以 Cl 计) $\omega/\%$ \geq	13.0	10.0	5.0	13.0	10.0	5.0
游离碱(以 NaOH 计) $\omega/\%$	0.1~1.0			0.1~1.0		
铁(Fe) $\omega/\%$ \leq	0.005			0.005		
重金属(以 Pb 计) $\omega/\%$ \leq	0.001			—		
砷(As) $\omega/\%$ \leq	0.000 1			—		
^a A型适用于消毒、杀菌及水处理等。						
^b B型仅适用于一般工业用。						

4 采样

4.1 产品按批检验。生产企业以成品槽、一天或一个生产周期生产的次氯酸钠为一批。用户以每次收到的同一批次的次氯酸钠为一批。

4.2 次氯酸钠用槽车或贮槽装运时,用 GB/T 6680 中规定的耐氧化的采样器,从深度不同的上、中、下三处(上部离液面十分之一液层,下部离液体底部十分之一液层)采取等量的样品。

4.3 次氯酸钠从塑料桶、塑料罐和由塑料瓶包装和纤维板箱组成的组合包装(包括瓦楞纸箱)中采样时,应按 GB/T 6678 中规定的采样单元数,用 GB/T 6680 中规定的耐氧化的采样器采取样品。

4.4 将采取的样品混匀,装于清洁、干燥的带磨口塞的棕色瓶中,密封。样品量不得少于 200 mL。样品瓶上应贴上标签,并注明生产企业名称、产品名称、型号规格、批号或生产日期、采样量、采样日期及采样人姓名等。

5 试验方法

安全提示:本试验方法中部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

5.1 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 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 之规定制备。

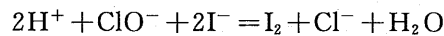
5.2 外观

在自然光下目视观察。

5.3 有效氯的测定

5.3.1 方法提要

在酸性介质中,次氯酸根与碘化钾反应,析出碘,以淀粉为指示液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,至蓝色消失为终点。反应式如下:



5.3.2 试剂

5.3.2.1 碘化钾溶液:100 g/L。称取 100 g 碘化钾,溶于水中,稀释到 1 000 mL,摇匀。

5.3.2.2 硫酸溶液:3+100。移取 15 mL 硫酸,缓缓注入 500 mL 水中,冷却,摇匀。

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

5.3.2.4 淀粉指示液:10 g/L。

5.3.3 仪器

一般实验室仪器和 50 mL 滴定管(A 级,分度值:0.1 mL)。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 试样溶液制备

移取约 20 mL 实验室样品,置于内装约 20 mL 水并已称量(精确到 0.01 g)的 100 mL 烧杯中,称量(精确到 0.01 g),然后全部移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于有效氯含量、游离碱含量、铁含量、重金属含量、砷含量的测定。

5.3.4.2 测定

移取 10.00 mL 试样溶液 A,置于内装 50 mL 水的 250 mL 碘量瓶中,加入 10 mL 碘化钾溶液和 10 mL 硫酸溶液,迅速盖紧瓶塞后水封,于暗处静置 5 min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至浅黄色,加 2 mL 淀粉指示液,继续滴定至蓝色消失为终点。

5.3.5 结果计算

有效氯以氯(Cl)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{(V/1\,000)cM}{m_1 \times (10/500)} \times 100 = \frac{5VcM}{m_1} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

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

m_1 ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——氯(Cl)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.453$)。

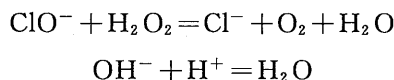
5.3.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果之差的绝对值不超过 0.2%。

5.4 游离碱的测定

5.4.1 方法提要

用过氧化氢分解次氯酸根,以酚酞为指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至微红色为终点。反应式如下:



5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 过氧化氢溶液:1+5;

5.4.2.2 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})=0.1\text{ mol/L}$;

5.4.2.3 酚酞指示液:10 g/L;

5.4.2.4 淀粉-碘化钾试纸。

5.4.3 仪器

一般的实验室仪器和 25 mL 滴定管(A 级,分度值:0.1 mL)。

5.4.4 分析步骤

移取 50.00 mL 试样溶液 A, 置于 250 mL 锥形瓶中, 滴加过氧化氢溶液至不含次氯酸根为止(不使淀粉-碘化钾试纸变蓝), 加(2~3)滴酚酞指示液, 用盐酸标准滴定溶液滴定至微红色为终点。

5.4.5 结果计算

游离碱以氢氧化钠(NaOH)质量分数 w_2 计, 数值以%表示, 按式(2)表示:

$$w_2 = \frac{(V/1\ 000)cM}{m_1 \times (50/500)} \times 100 = \frac{VcM}{m_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值, 单位为摩尔每升(mol/L);

V ——盐酸标准滴定溶液的体积的数值, 单位为毫升(mL);

m_1 ——试样质量的数值, 单位为克(g);

M ——氢氧化钠(NaOH)的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔(g/mol) ($M = 40.00$)。

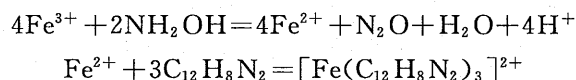
5.4.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果之差的绝对值不大于 0.04%。

5.5 铁的测定

5.5.1 方法提要

在不含次氯酸根的介质中, 盐酸羟胺将 Fe^{3+} 还原成 Fe^{2+} , 在 pH(4~6) 缓冲溶液体系中, Fe^{2+} 同 1,10-菲罗啉生成橙红色络合物, 在分光光度计最大吸收波长(510 nm)处测定其吸光度。反应式如下:



5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 过氧化氢溶液:1+5。

5.5.2.2 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH 值约 4.5。

5.5.2.3 盐酸羟胺溶液:10 g/L。称取 1 g 盐酸羟胺, 溶于水中, 稀释至 100 mL。

5.5.2.4 铁标准溶液:0.1 mg/mL。

5.5.2.5 铁标准溶液:0.01 mg/mL。移取 25.00 mL 标准溶液(5.5.2.4), 置于 250 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。该溶液使用前配制。

5.5.2.6 1,10-菲罗啉指示液:2 g/L。

5.5.2.7 淀粉-碘化钾试纸。

5.5.3 仪器

一般实验室仪器和分光光度计。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 标准曲线绘制

5.5.4.1.1 移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液(5.5.2.5)分

别置于 6 个 100 mL 容量瓶中,向每个容量瓶中分别加入 5 mL 盐酸羟胺溶液、10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 5 mL 1,10-菲罗啉指示液,用水稀释至刻度,摇匀,静置 10 min。

5.5.4.1.2 以水为参比,调整分光光度计为零,在波长 510 nm 处,选用适宜的比色皿,测定吸光度。

5.5.4.1.3 从标准比色溶液的吸光度中扣除空白溶液吸光度,以 100 mL 标准比色溶液中铁的质量(mg)为横坐标,与其对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线或回归一元线性方程。

5.5.4.2 空白试验

不加试样溶液,采用与测定试样溶液完全相同的分析步骤、试剂和用量进行空白试验。

5.5.4.3 测定

移取 50.00 mL 试样溶液 A,置于 100 mL 容量瓶中,滴加过氧化氢溶液至不含次氯酸根为止(不使淀粉-碘化钾试纸变蓝),然后加 5 mL 盐酸羟胺溶液、10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液和 5 mL 1,10-菲罗啉指示液,用水稀释至刻度,摇匀,静置 10 min。以下按 5.5.4.1.2 规定进行。

5.5.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_3 表示,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_2/1\ 000}{m_1 \times (50/500)} \times 100 = \frac{m_2}{m_1} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——试样质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——与扣除空白溶液吸光度后的试样溶液吸光度相对应的由标准曲线上查得的或一元线性回归方程计算的铁的质量的数值,单位为微克(mg)。

5.5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果之差的绝对值不大于 0.001%。

5.6 重金属的测定

5.6.1 方法提要

在弱酸性(pH 值 3~4)的条件下,试料中的重金属离子与硫离子生成棕黑色沉淀,与同法处理的铅标准溶液比较,作限量试验。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 盐酸。

5.6.2.2 过氧化氢溶液:1+5。

5.6.2.3 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:pH 值约 3。

5.6.2.4 硫化氢饱和溶液。将硫化氢气体通入不含二氧化碳的水中,至饱和为止。此溶液使用前制备。

5.6.2.5 硫化钠溶液。称取 5 g 硫化钠,溶于 10 mL 水和 30 mL 丙三醇的混合液中,避光密封保存。有效期一个月。

5.6.2.6 铅标准溶液:0.1 mg/mL。

5.6.2.7 铅标准溶液:0.01 mg/mL。量取适量的铅标准溶液(5.6.2.6),稀释 10 倍。该溶液使用前

配制。

5.6.2.8 酚酞指示液:10 g/L。

5.6.2.9 淀粉-碘化钾试纸。

5.6.3 仪器

一般实验室仪器和 50 mL 纳氏比色管。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 A 管:移取 1.00 mL 铅标准溶液(5.6.2.7)置于 50 mL 纳氏比色管中,加水至 25 mL,加 5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,摇匀。备用。

5.6.4.2 B 管:取一支与 A 管配套的纳氏比色管,移取 25.00 mL 试样溶液 A,置于 50 mL 纳氏比色管中,滴加过氧化氢溶液,至不含次氯酸根为止(不使淀粉-碘化钾试纸变蓝)。加 1 滴酚酞指示液,用盐酸调节至微红色,再加 5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,摇匀。备用。

5.6.4.3 C 管:取一支与 A、B 管配套的 50 mL 纳氏比色管,加入与 B 管等量的相同的试样溶液 A,再加入与 A 管等量的铅标准溶液(5.6.2.7),滴加过氧化氢溶液,至不含次氯酸根为止(不使淀粉-碘化钾试纸变蓝)。加 1 滴酚酞指示液,用盐酸调节至微红色,再加入 5 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液,摇匀。备用。

5.6.4.4 向各管中加入 10 mL 新鲜制备的硫化氢饱和溶液或 2 滴硫化钠溶液,加水至 50 mL 刻度,混匀,于暗处放置 5 min。在白色背景下观察,B 管的色度不得深于 A 管的色度,C 管的色度应与 A 管的色度相当或深于 A 管的色度。

5.7 砷的测定

5.7.1 方法提要

在碘化钾和氯化亚锡存在下,高价砷还原为三价砷。锌粒和酸产生的新生态氢和三价砷作用,生成砷化氢气体,通过乙酸铅棉花除去硫化氢干扰,再与溴化汞试纸生成黄色至橙色色斑,与标准砷斑比较作限量试验。

5.7.2 试剂和材料

所用试剂和材料均不含砷。

5.7.2.1 盐酸。

5.7.2.2 过氧化氢溶液:1+5。

5.7.2.3 碘化钾溶液:150 g/L。

5.7.2.4 氯化亚锡溶液:400 g/L。

5.7.2.5 砷标准溶液:0.1 mg/mL。

5.7.2.6 砷标准溶液:0.001 mg/mL。移取适量的砷标准溶液(5.7.2.5),稀释 100 倍。该溶液使用前配制。

5.7.2.7 乙酸铅棉花。

5.7.2.8 溴化汞试纸。

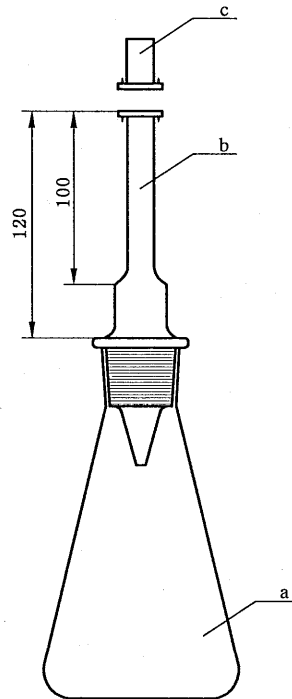
5.7.2.9 淀粉-碘化钾试纸。

5.7.2.10 锌粒。

5.7.3 仪器

一般实验室仪器和定砷仪。定砷仪的示意图见图 1。

单位 mm



说明:

- a——100 mL 锥形瓶;
- b——吸收管;
- c——吸收管帽。

图 1 定砷仪示意图

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 移取 1.00 mL 砷标准溶液(5.7.2.6)置于定砷仪的锥形瓶中,加 5 mL 盐酸,加水约至 30 mL,再加 5 mL 碘化钾溶液和 5 滴氯化亚锡,摇匀,静置 10 min。

5.7.4.2 移取 25.00 mL 试样溶液 A 置于定砷仪的锥形瓶中,滴加过氧化氢溶液,至不含次氯酸根为止(不使淀粉-碘化钾试纸变蓝)。用盐酸中和试样溶液至中性,并过量 5 mL 盐酸,加水约至 30 mL,再加 5 mL 碘化钾溶液和 5 滴氯化亚锡,摇匀,静置 10 min。

5.7.4.3 向上述各锥形瓶中各加 2 g 锌粒,立即将已装好乙酸铅棉花及溴化汞试纸的玻璃管连接好,于 25 ℃,暗处放置 1 h。

5.7.4.4 取出砷斑,试样溶液砷斑不得深于砷的限量标准的砷斑。每次测定应同时制备标准砷斑。

6 检验规则

6.1 本标准中次氯酸钠质量指标采用 GB/T 8170 中规定的“修约值比较法”进行判定。

GB 19106—2013

6.2 本标准采用型式检验和出厂检验。

6.2.1 本标准所有指标项目为型式检验项目。正常生产情况下,每月至少进行一次型式检验。有下述情况之一时,也应进行型式检验。

- a) 关键生产工艺有改变;
- b) 主要原材料有变化;
- c) 停产后复产;
- d) 型式检验结果与上次型式检验有较大差异。

6.2.2 本标准规定项目中的有效氯和游离碱为出厂检验项目,应逐批检验。

6.3 次氯酸钠应由生产企业的质量监督部门按照本标准要求进行检验,生产企业应保证每批出厂的产品都应符合本标准的要求。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装单元中采取有代表性的样品进行复检,复检结果中即使有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

7.1.1 次氯酸钠包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产企业名称、地址、产品名称、“危险化学品”字样、净含量、批号或生产日期、生产许可证编号及标志、本标准编号、GB 190 中规定的“腐蚀性物质”和“氧化性物质”标志、安全标签。对于塑料桶、塑料罐和由塑料瓶包装和纤维板箱组成的组合包装(包括瓦楞纸箱)的容器上还应有 GB/T 191 中规定的“向上”标志。

7.1.2 每批出厂的次氯酸钠都应附有安全技术说明书和质量证明。质量证明内容包括:生产企业名称、地址、产品名称、“危险化学品”字样、净含量、批号或生产日期、生产许可证编号及标志、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7.2 包装

次氯酸钠包装应按 GB 19107 规定执行。

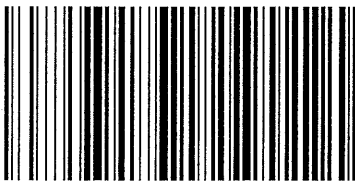
7.3 运输

次氯酸钠运输时应密闭,装运容器应防腐。运输时不得与还原性物品混运。

7.4 贮存

盛装次氯酸钠的包装应存放在阴凉、通风的仓库,避免阳光照射,并禁止其他可能与次氯酸钠发生危险反应的货物一起存放。

次氯酸钠产品从出厂日期算起,A-I 和 B-I 型有效氯 3 d 内不低于 12%,7 d 内不低于 11%;A-II 型和 B-II 型有效氯 3 d 内不低于 9%,7 d 内不低于 8%;A-III 和 B-III 型有效氯 20 d 内不低于 4.5%。超出保质期规定的,供应商与用户协商确定或在产品标识中明示。



GB 19106-2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-48136