



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 23850—XXXX  
代替 GB/T 23850-2009

## 工业高氯酸钠

Sodium perchlorate for industrial use

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局  
国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 23850-2009《工业高氯酸钠》，与GB/T 23850-2009相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了适用范围（见第1章，2009年版的第1章）；
- b) 更改了产品分类（见第5章，2009年版的第4章）；
- c) 更改了要求中部分指标（见6.2，2009年版的5.2）；
- d) 增加了次氯酸盐、pH、松散度的要求（见6.2，2009年版的5.2）；
- e) 氯化物含量测定中增加了离子色谱法（见7.5.2，2009年版的6.6）；
- f) 增加了次氯酸盐、pH、松散度的测定方法（见7.7、7.11、7.12）；
- g) 铁含量测定中增加了分光光度法（见7.10.1，2009年版的6.9）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会（SAC/TC63）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2009年首次发布为 GB/T 23850-2009，本次为第一次修订。

# 工业高氯酸钠

**警告：**按GB 12268-2012第6章的规定，本产品属于第5类第5.1项氧化性物质，操作时应小心谨慎。使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本文件规定了工业高氯酸钠的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。本文件适用于工业高氯酸钠。

**注：**该产品主要用于高氯酸及高氯酸盐的原料、火药工业、气象火箭，以及乳胶炸药、氧化剂、安全火柴、民用引火煤等。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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—2009 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-菲啰啉分光光度法

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 12268—2012 危险货物品名表

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

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

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

JJG 119-2018 实验室pH（酸度）计

JT/T 617.1 危险货物道路运输规则（所有部分）

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式： $\text{NaClO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ （ $n=0$ 或 $1$ ）

相对分子质量：122.45（ $n=0$ ）或140.45（ $n=1$ ）（按2022年国际相对原子质量）

5 分类

工业高氯酸钠分为 I 型、II 型和III型：

- a) I 型为无水产品；
- b) II 型为一水产品；
- c) III型为液体产品。

6 要求

6.1 外观：白色结晶型粉末。

6.2 工业高氯酸钠按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标				
	I 型		II 型		III型
	一等品	合格品	一等品	合格品	
高氯酸钠（ $\text{NaClO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ）w/%	≥99.3	≥99.0	≥99.2	≥99.0	55~65
水分 w/%	≤0.20	≤0.30	—	—	—
氯化物（以 Cl 计）w/%	≤0.05	≤0.06	≤0.04	≤0.05	0.03
氯酸盐（以 Cl 计）w/%	≤0.15	≤0.20	≤0.15	≤0.20	0.10
次氯酸盐	通过试验				
硫酸盐（以 $\text{SO}_4$ 计）w/%	≤0.02	≤0.03	≤0.02	≤0.03	0.01
水不溶物 w/%	≤0.03	≤0.05	≤0.03	≤0.05	0.02
铁（Fe）w/%	≤0.002	≤0.003	≤0.002	≤0.003	—
pH（50 g/L 水溶液）	7.0±1.5				

松散度（通过 4.75mm 试验筛） w/%	≥90	
注 1：高氯酸钠（NaClO <sub>4</sub> • nH <sub>2</sub> O）中的 n=0 或 1。 注 2：松散度项目为加防结块剂产品控制项。		

7 试验方法

7.1 一般规定

本文件所用试剂和水，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。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按照HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3的规定制备。

7.2 外观检验

在自然光下用目视法进行判定。

7.3 高氯酸钠含量的测定

7.3.1 原理

以亚硝酸钠作助熔剂和还原剂，采用熔融法将高氯酸钠还原为氯化钠，再以佛尔哈德法测定氯离子，经计算确定高氯酸钠含量。

7.3.2 试剂或材料

- 7.3.2.1 亚硝酸钠。
- 7.3.2.2 硝基苯。
- 7.3.2.3 硝酸溶液：1+2。
- 7.3.2.4 硝酸银标准滴定溶液：c（AgNO<sub>3</sub>）≈0.1 mol/L。
- 7.3.2.5 硫氰酸钾标准滴定溶液：c（KCNS）≈0.1 mol/L，按照 HG/T 3696.1 配制硫氰酸钾标准滴定溶液并采用方法二进行标定。
- 7.3.2.6 硫酸铁铵指示液：80 g/L。

7.3.3 仪器设备

- 7.3.3.1 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 °C±2 °C。
- 7.3.3.2 高温炉：温度能控制在 500 °C±5 °C。

7.3.4 试验步骤

7.3.4.1 试验溶液的制备

7.3.4.1.1 I 型产品

称取约1 g研磨成粉状的样品A（见7.4.3），精确至0.000 2 g。置于镍坩埚中，加6 g研磨成粉状的亚硝酸钠，充分混匀，加盖后放入高温炉内，逐渐升温至500 ℃，在此温度下熔融1.5 h。冷却后，用热水将熔融物溶解并洗入烧杯中，冷却。全部移入250 mL（ $V_1$ ）容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 7.3.4.1.2 II型产品

称取约1 g研磨成粉状的样品，精确至0.000 2 g。置于镍坩埚中，加6 g研磨成粉状的亚硝酸钠，充分混匀，加盖后放入高温炉内，逐渐升温至500 ℃，在此温度下熔融1.5 h。冷却后，用热水将熔融物溶解并洗入烧杯中，冷却。全部移入250 mL（ $V_1$ ）容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 7.3.4.1.3 III型产品

称取约1.5 g~1.8 g样品，精确至0.000 2 g。置于蒸发皿中，在沸水浴上蒸发至干并研磨成粉状，全部移入镍坩埚中，加6 g研磨成粉状的亚硝酸钠，充分混匀，加盖后放入高温炉内，逐渐升温至500 ℃，在此温度下熔融1.5 h。冷却后，用热水将熔融物溶解并洗入烧杯中，冷却。全部移入250 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 7.3.4.2 试验

用移液管移取50 mL试验溶液（见7.3.4.1），置于500 mL锥形瓶中，用移液管加入50 mL硝酸银标准滴定溶液和15 mL硝酸溶液，加热至二氧化氮气体全部逸出。冷却后，加入5 mL硝基苯，摇动30 s，加入5 mL硫酸铁铵指示液，用硫氰酸钾标准滴定溶液滴定至溶液出现红色为止。同时作空白试验。

#### 7.3.5 试验数据处理

高氯酸钠含量以高氯酸钠[ $\text{NaClO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ （ $n=0$ 或1）]的质量分数 $w_1$ 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V_0 - V)cM \times 10^{-3}}{m(50/250)} \times 100\% - k(w_3 + w_4) \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$V_0$ ——空白试验时消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V$ ——滴定试验溶液时消耗硫氰酸钾标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$c$ ——硫氰酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

$M$ ——高氯酸钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）{ $M[\text{NaClO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ （ $n=0$ 或1）]=122.45或140.45}；

$m$ ——样品的质量的数值，单位为克（g）；

$k$ ——氯（Cl）换算为高氯酸钠[ $\text{NaClO}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ （ $n=0$ 或1）]的系数（ $k=3.45$ 或 $3.96$ ）；

$w_3$ ——7.5中测得的氯化物（以Cl计）的质量分数；

$w_4$ ——7.6中测得的氯酸盐（以Cl计）的质量分数。

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 %。

### 7.4 水分的测定

#### 7.4.1 原理

将样品干燥至质量恒定，比较样品干燥前后的减少量，确定水分。

#### 7.4.2 仪器设备

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

#### 7.4.3 试验步骤

称取约10 g样品，精确至0.000 2 g。置于预先在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥至质量恒定的称量瓶中，在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定，置于干燥器中冷却至室温，称量后保存于干燥器中。此样品为样品A，用于I型产品高氯酸钠含量的测定。

#### 7.4.4 试验数据处理

水分的质量分数 $w_2$ 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$m$ ——样品的质量的数值，单位为克（g）；

$m_1$ ——干燥至质量恒定后样品的质量的数值，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0.005 %。

### 7.5 氯化物含量的测定

#### 7.5.1 汞量法

##### 7.5.1.1 原理

按GB/T 3051—2000中第3章。

##### 7.5.1.2 试剂或材料

按GB/T 3051—2000中第4章。

##### 7.5.1.3 试验步骤

称取约10 g或15.5 g（III型产品）样品，精确至0.01 g。置于250 mL锥形瓶中，加100 mL水，加热至样品完全溶解，冷却。加2滴～3滴溴酚蓝指示液，滴加硝酸溶液（1 mol/L）至恰呈黄色，再过量2滴～3滴，加1 mL二苯偶氮碳酰肼指示液，用 $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] \approx 0.05\text{ mol/L}$ 的硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色。同时作空白试验。含汞废液的处理按GB/T 3051—2000附录D进行操作。

##### 7.5.1.4 试验数据处理

氯化物含量以氯（Cl）的质量分数 $w_3$ 计，按公式（3）计算：

$$w_3 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$V$ ——滴定试验溶液消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——滴定空白溶液消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值，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）；

$M$ ——氯化物的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） [ $M(\text{Cl})=35.45$ ]；

$m$ ——样品的质量的数值，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0.005 %。

7.5.2 离子色谱法

7.5.2.1 原理

将样品中氯离子通过色谱柱分离，用电导检测器进行检测，以外标法计算出被测离子的含量。

7.5.2.2 试剂或材料

- 7.5.2.2.1 水：电导率（25℃）不大于 0.005 5 mS/m。
- 7.5.2.2.2 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯化物（Cl）100 μg。移取 10 mL 按照 HG/T 3696.2 配制的氯化物（Cl）标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.5.2.3 仪器设备

- 7.5.2.3.1 离子色谱仪，并配备下列设备：
- a) 色谱柱，氯离子色谱峰与相邻色谱峰之间分离度  $R \geq 1.5$ ；
  - b) 微孔滤膜，滤膜孔径  $\phi \leq 0.45 \mu\text{m}$ ；
  - c) 检测器，电导检测器。

7.5.2.4 试验步骤

7.5.2.4.1 工作曲线溶液的制备

按照表2的规定，移取氯化物标准溶液，分别置于5个100 mL容量瓶中，用稀释水至刻度，摇匀。

表2

容量瓶编号	1	2	3	4	5
移取氯化物标准溶液的体积，mL	1.00	2.00	5.00	8.00	10.0
氯离子质量浓度，μg/mL	0.10	0.50	1.00	5.00	10.0

7.5.2.4.2 试验溶液的制备

称取约 1.00 g 样品，精确至 0.001 g，置于 100 mL 烧杯中，加入约 20 mL 水，摇动至样品溶解，全部转移至 100 mL（ $V$ ）容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。

7.5.2.4.3 试验



将离子色谱仪调整至最佳工作状态，推荐的操作条件见附录B。按照仪器操作程序将工作曲线溶液和试验溶液等体积依次进样测定。以工作曲线溶液中氯离子的质量浓度为横坐标，对应的峰面积为纵坐标绘制工作曲线。根据所测试验溶液的峰面积，在工作曲线上查得试验溶液中氯离子的质量浓度（ $\mu\text{g/mL}$ ）。

#### 7.5.2.5 试验数据处理

氯化物含量以氯（Cl）的质量分数 $w_3$ 计，按公式（4）计算：

$$w_3 = \frac{\rho V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$\rho$ ——从工作曲线上查得的试验溶液中氯离子的质量浓度，单位为微克/毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$V$ ——定容体积，单位为毫升（mL）；

$m$ ——样品的质量的数值，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与算术平均值之比不大于10%。

### 7.6 氯酸盐含量的测定

#### 7.6.1 原理

用过量的硫酸亚铁盐还原产品中的氯酸盐，再用高锰酸钾滴定过量的硫酸亚铁盐，同时做空白试验。由高锰酸钾标准滴定溶液两次滴定消耗量之差，计算出氯酸盐含量。

#### 7.6.2 试剂或材料

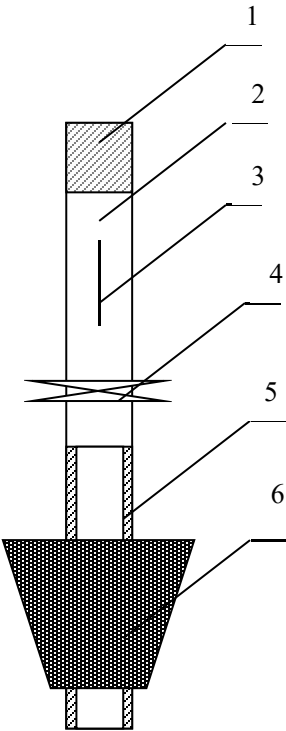
7.6.2.1 硫酸亚铁铵标准滴定溶液： $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

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

#### 7.6.3 仪器设备

7.6.3.1 具有本生阀的橡皮塞（见图1）。

7.6.3.2 微量滴定管：分度值 0.01 mL 或 0.02 mL。



- 说明：
- 1—玻璃塞
  - 2—橡胶管
  - 3—在橡胶管切一长口（约 7 mm）
  - 4—弹簧夹
  - 5—玻璃管（内径 4 mm）
  - 6—橡皮塞

图 1 具有本生阀的橡皮塞

7.6.4 试验步骤

称取约2 g或3 g（III型产品）样品，精确至0.01 g。置于250 mL锥形瓶中，加100 mL水，加热溶解。用移液管加入10 mL硫酸亚铁铵标准滴定溶液，盖上具有本生阀的橡皮塞，煮沸5 min。冷却后取下橡皮塞，用高锰酸钾标准滴定溶液滴定至粉红色出现，并保持30s不褪色。若滴定过程中高锰酸钾标准滴定溶液的消耗量小于0.2 mL，应适当增加硫酸亚铁铵标准滴定溶液的加入量（用移液管准确加入）。同时做空白试验。

7.6.5 试验数据处理

氯酸盐含量以氯酸钠（NaClO<sub>3</sub>）的质量分数 $w_4$ 计，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{(V_0 - V)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

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

$V_0$ ——滴定空白溶液消耗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）；

$M$ ——氯酸盐的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol） [ $M(1/5Cl) = 7.09$ ]；

$m$ ——样品的质量的数值，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0.003 %。

## 7.7 次氯酸盐含量的测定(检出试验)

### 7.7.1 原理

试验溶液中的次氯酸根将碘离子氧化成碘( $I_2$ )，用淀粉-碘化钾试纸判断样品中是否存在次氯酸盐。

### 7.7.2 试剂或材料

淀粉-碘化钾试纸。

### 7.7.3 试验步骤

称取10.0 g或15.5 g（III型产品）样品，置于400 mL烧杯中，加200 mL水。将一条淀粉-碘化钾试纸置于溶液中，试纸10 s内不呈蓝色为通过试验。

## 7.8 硫酸盐含量的测定

### 7.8.1 原理

在酸性条件下，试验溶液中的硫酸根与加入的钡离子形成悬浊液，通过目视比浊判断产品中硫酸盐的存在量。

### 7.8.2 试剂或材料

7.8.2.1 氯化钡溶液：10 g/L。

7.8.2.2 混合溶液：称取12 g氯化钠溶于49 mL水中，加1 mL盐酸和50 mL丙三醇，混合均匀。

7.8.2.3 硫酸盐标准溶液：1 mL溶液含有硫酸盐( $SO_4$ )0.10 mg。用移液管移取10 mL按照HG/T 3696.2配制的硫酸盐标准贮备溶液，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

### 7.8.3 仪器设备

比色管：50 mL。

### 7.8.4 试验步骤

称取2 g±0.01 g或3 g±0.01 g（III型产品）样品。置于50 mL烧杯中，加30 mL水溶解（必要时过滤），全部移入比色管中。加10 mL混合溶液，用水稀释至近刻度，摇匀。加2 mL氯化钡溶液，摇匀。放置10 min，所呈浊度与标准比浊溶液比较。其浊度不应大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备：移取4.00 mL（一等品）、6.00 mL（合格品）、3.00 mL（Ⅲ型产品）硫酸盐标准溶液与样品同时同样处理。

## 7.9 水不溶物含量的测定

### 7.9.1 原理

用水溶解样品，真空过滤后烘干至质量恒定，称量并计算水不溶物含量。

### 7.9.2 试剂或材料

硝酸银溶液：17 g/L。

### 7.9.3 仪器设备

7.9.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm~15 μm；

7.9.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 °C±2 °C。

### 7.9.4 试验步骤

称取约10 g或15.5 g（Ⅲ型产品）样品，精确至0.01 g。置于400 mL烧杯中，加200 mL水溶解。用已于105 °C±2 °C下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚真空过滤，用热水洗至无氯离子为止（用硝酸银溶液检验），将玻璃砂坩埚置于电热恒温干燥箱中，在105 °C±2 °C下干燥至质量恒定。

### 7.9.5 试验数据处理

水不溶物的以质量分数 $w_5$ 计，按公式（5）计算：

$$w_5 = \frac{m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$m_2$ ——不溶物的质量的数值，单位为克（g）；

$m$ ——样品的质量的数值，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 %。

## 7.10 铁含量的测定

### 7.10.1 分光光度法（仲裁法）

#### 7.10.1.1 原理

同 GB/T 3049-2006 第 3 章。

#### 7.10.1.2 试剂或材料

同 GB/T 3049-2006 第 4 章。

#### 7.10.1.3 仪器设备

同 GB/T 3049-2006 第 5 章。

## 7.10.1.4 试验步骤

## 7.10.1.4.1 工作曲线的绘制

按照 GB/T 3049-2006 中 6.3 的规定, 选用光程为 2 cm 比色皿及与试验溶液中预计的铁含量相适应的铁标准溶液用量, 绘制工作曲线。

## 7.10.1.4.2 试验溶液制备

称取约 2 g 样品, 精确至 0.01 g。置于 100 mL 烧杯中, 加 20 mL 水溶解, 全部转移至 100 mL 容量瓶中, 用水稀释溶液体积约为 60 mL。

## 7.10.1.4.3 空白试验溶液制备

除不加样品外, 其他操作与试验溶液制备相同 (见 7.10.1.4.2)。

## 7.10.1.4.4 试验

取试验溶液和空白试验溶液, 以下操作按照 GB/T 3049-2006 中 6.3.2 从“用盐酸溶液 (4.1) 调至 pH 为 2”开始, 选用光程为 2 cm 比色皿进行测定。

## 7.10.1.5 试验数据处理

铁含量以铁 (Fe) 的质量分数  $w_6$  计, 按公式 (6) 计算:

$$w_6 = \frac{(m_3 - m_4) \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中:

$m_3$ ——由工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值, 单位为微克 ( $\mu\text{g}$ );

$m_4$ ——由工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值, 单位为微克 ( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——样品的质量的数值, 单位为克 (g)。

## 7.10.2 目视比色法

## 7.10.2.1 原理

样品溶解后, 在酸性介质中, 样品中的铁离子与加入的硫氰酸盐显色, 用正丁醇萃取, 所呈颜色与标准比色溶液进行目视比色。

## 7.10.2.2 试剂或材料

## 7.10.2.2.1 盐酸。

## 7.10.2.2.2 硫氰酸钾溶液: 30 g/L。

7.10.2.2.3 铁标准溶液: 1 mL 溶液含铁 (Fe) 0.1 mg。用移液管移取 10 mL 按照 HG/T 3696.2 配制的铁标准贮备溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

## 7.10.2.3 仪器设备

比色管: 50 mL。

#### 7.10.2.4 试验步骤

##### 7.10.2.4.1 试验溶液的制备

称取 $5\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 或 $8\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ （III型产品）样品，置于100 mL烧杯中，加约25 mL水，在电炉上加热溶解，取下冷却。加5 mL盐酸，全部转移至比色管中。

##### 7.10.2.4.2 比色

在试验溶液中加入10 mL硫氰酸钾溶液和10 mL正丁醇，震荡约30 s，放置分层后，有机层所呈颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备：移取1.00 mL铁标准溶液，除不加样品外，其他操作及所用试剂与测定试验溶液同时同样处理。

#### 7.11 pH 的测定

##### 7.11.1 原理

将测量电极、参比电极或复合电极浸入被测溶液中，构成一原电池，其电动势与pH有关，通过测量原电池电动势，可得到溶液的pH数值。

##### 7.11.2 试剂或材料

无二氧化碳的水。

##### 7.11.3 仪器设备

酸度计：仪器级别符合JJG 119—2005表1中0.01级，并配有甘汞电极或银/氯化银电极及玻璃电极或pH复合电极。

##### 7.11.4 试验步骤

称取 $5.0\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 或 $8\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ （III型产品）样品，置于150 mL烧杯中，加无二氧化碳的水至约100 mL，按照GB/T 23769-2009第8章的规定进行测定。

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0.2 pH。

#### 7.12 松散度的测定

##### 7.12.1 原理

将码垛储存一定时间的袋装样品，从一定高度自由降落于坚硬的平面上，过筛后称量留在筛上的样品质量。

##### 7.12.2 仪器设备

7.12.2.1 试验筛：长 950 mm、宽 600 mm，带有高约 120 mm 的木框，筛网孔径 4.75 mm。

7.12.2.2 秒表。

7.12.2.3 台秤：10 kg，分度值 0.1 kg。

##### 7.12.3 试验步骤

从仓库内堆码垛储存期不大于三个月的袋装产品中，由上而下选取第七层袋装产品作为试验用样品。

将试验用样品称量后，利用机械或人工方式使其从1 m高度自由平落到平整、坚硬的平面上。将袋翻转，然后将袋内样品倒在试验筛内，以1 次/s的频率进行筛分。筛分行程约为400 mm，筛分时间1 min，筛完后称量筛余物的质量。试验袋数不应少于3袋。

#### 7.12.4 试验数据处理

松散度以粒径小于4.75 mm的样品的质量分数 $w_7$ 计，按公式（12）计算：

$$w_7 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left( \frac{m - m_i}{m} \right) \times 100\% \dots\dots\dots (12)$$

式中：

$m_i$ ——过筛后筛上样品质量的数值，单位为千克（kg）；

$m$ ——过筛前袋内样品质量的数值，单位为千克（kg）；

$n$ ——试验所用样品的袋数。

### 8 检验规则

8.1 本文件第5章中规定的所有项目均为出厂检验项目，应逐批进行检验。

8.2 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类别、同一等级的高氯酸钠为一批。每批产品不超过50 t。

8.3 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、类型、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。

8.4 检验结果如有指标不符合本文件要求时，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文件的要求时，则整批产品为不合格。

8.5 采用GB/T 8170规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本文件。

### 9 标志、标签

9.1 工业高氯酸钠产品外包装上要有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类型、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号以及GB 190—2009第3章中规定的“氧化性物质”标志及GB/T 191—2008第2章中规定的“怕晒”“怕雨”标志。

9.2 每批出厂的工业高氯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、类型、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号。

### 10 包装、运输、贮存

10.1 工业高氯酸钠产品包装的包装类别应符合 GB 12268—2012 中表 1 的规定，包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的规定。当采用铁路运输时，其包装还应符合铁路危险货物运输管理的相关规定。内包装采用聚乙烯塑料袋，包装时将袋内空气排净后，扎紧袋口。工业高氯酸钠产品的包装质量应符合 GB 12463—2009 规定的 II 类包装性能试验。每件净含量为 25 kg、50 kg 或供需双方协商包装规格。

10.2 工业高氯酸钠的运输应符合铁路、公路、水路危险货物运输安全监督管理的相关规定及 JT/T 617（所有部分）的要求。运输过程中应有遮盖物，防止曝晒和雨淋，防止猛烈撞击。严禁与酸类、易燃物、有机物、还原剂、自燃物品、遇湿易燃物品同车混运。运输车辆装卸前后均应彻底清扫、洗净，不应混入有机物、易燃物等。装卸时要轻拿轻放，防止摩擦，严禁撞击。

10.3 工业高氯酸钠应贮存于通风、干燥的库房内。防止雨淋、受潮，避免阳光直射，同时还应符合 GB 15603 的规定。



## 附 录 A

(资料性)

## 推荐的离子色谱仪操作条件

推荐的离子色谱仪操作条件见表B.1和表B.2。

表 B. 1 氢氧根淋洗体系推荐的离子色谱仪操作条件

项 目	操作条件
色谱柱	氢氧化物选择性，可兼容梯度洗脱的高容量阴离子交换柱，或性能相当的离子色谱柱
抑制器	连续自动电解再生膜阴离子抑制器或等效抑制装置
检测器	电导检测器，检测池温度为 35 ℃
进样体积	25 $\mu\text{L}$
淋洗液流速	0.7 mL/min
淋洗液	氢氧化钾溶液
淋洗液浓度	13 mmol/L

表 B. 2 碳酸盐淋洗体系推荐的离子色谱仪操作条件

项 目	操作条件
色谱柱	带季铵基亲水聚苯乙烯-二乙烯基苯共聚物的阴离子交换柱，或性能相当的离子色谱柱
抑制器	化学抑制器
检测器	电导检测器
进样体积	20 $\mu\text{L}$
淋洗液流速	0.7 mL/min
淋洗液	碳酸钠溶液 8.0 mmol/L + 碳酸氢钠溶液 0.25 mmol/L
淋洗时间	35 min
淋洗操作	等度淋洗

10.4

---