

中华人民共和国国家标准

GB/T 10666—2008
代替 GB/T 10666—1995

次氯酸钙(漂粉精)

Calcium hypochlorite

2008-06-04 发布

2008-12-01 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

本标准与美国 ASTM E1229—1993《次氯酸钙》一致性程度为非等效。

本标准代替 GB/T 10666—1995《次氯酸钙(漂粉精)》。

本标准与 GB/T 10666—1995 相比主要变化如下：

- 钠法产品增加水分和粒度检验项目和指标(前版的 3.2,本版的 3.2)；
- 批次规定不同(前版的 5.2,本版的 4.1)；
- 将检验规则章分采样章和检验规则章(前版的第 5 章,本版的第 4 章、第 6 章)；
- 钠法产品出厂检验项目不同(前版的 5.7,本版的 6.2)；
- 标志标签条款增加出厂的次氯酸钙产品应附有安全技术说明书和质量证明书(本版的 7.1.2)；
- 包装不同(前版的 6.2,本版的 7.2)；
- 增加运输条款(本版的 7.3)；
- 删除贮存条款中次氯酸钙产品一年内有效氯降低的规定(前版的 6.4)。

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氯碱分会(SAC/TC 63/SC 6)归口。

本标准起草单位：锦西化工研究院、中国石化江汉油田分公司盐化工总厂、江苏索普(集团)有限公司。

本标准主要起草人：陈沛云、许建平、葛立新、李富荣、胡立明、田友利。

本标准 1989 年首次发布,1995 年第一次修订。

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

次氯酸钙(漂粉精)

警告——次氯酸钙具有腐蚀性、氧化性和刺激性,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、橡胶手套等防护用品。

1 范围

本标准规定了次氯酸钙(漂粉精)的要求、采样、试验方法、检验规则及标志、标签、包装、运输、贮存。本标准适用于次氯酸钙(漂粉精)产品。次氯酸钙主要用于漂白、消毒杀菌及污染物的生化处理等。
 主要成分:Ca(ClO)₂
 相对分子质量:142.92(按 2005 年国际相对原子质量)

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 190 危险货物包装标志
- GB/T 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2000,eqv ISO 780:1997)
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- 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,Reagents for chemical analysis—Part 1:General test methods,NEQ)
- GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法
- GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛(GB/T 6003.1—1997,eqv ISO 3310-1:1990)
- GB/T 6679 固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—1992,ISO 3696:1987,NEQ)
- GB 19109 次氯酸钙包装要求

3 要求

- 3.1 外观:次氯酸钙为白色或微灰色固体。
- 3.2 次氯酸钙应符合表 1 给出的指标要求。

表 1 次氯酸钙指标 质量分数/%

项 目	指 标					
	钠 法			钙 法		
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
有效氯(以 Cl 计) ≥	70.0	65.0	60.0	65.0	60.0	55.0
水分	4~10			≤3	≤4	
稳定性检验有效氯损失 ≤	—	—	—	8.0	10.0	12.0
粒度 ≥	90 (355 μm~ 1.4 mm)	85 (355 μm~ 1.4 mm)	—	90 (355 μm~ 2 mm)	—	—

4 采样

4.1 产品按批检验。生产企业以每天或每一生产周期生产的次氯酸钙产品(同一原料、同一工艺生产)为一批。用户以每次收到的同一批次的次氯酸钙产品为一批。

4.2 次氯酸钙从活动盖塑料桶、钢桶、纤维板桶(包括纸板桶)、由塑料内包装和纤维板箱组成的组合包装(包括瓦楞纸箱)或最大净重为 120 kg 的活动盖塑料罐中采样时,从批量总桶或总罐数中按下述规定的采样单元数进行随机采样。当批量总数小于 500 时,按表 2 确定;大于 500 时,以公式 $(n)=3\times\sqrt[3]{N}$ (N 为批量总数)确定,如遇小数进为整数。

表 2

总桶或总罐数	采样桶或罐数	总桶或总罐数	采样桶或罐数
1~10	全部	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~123	15	395~450	23
124~151	16	451~512	24
152~181	17		

4.3 采样时,采用 GB/T 6679 中适宜的采样探子自桶或罐的中心插入 3/4 深处采取有代表性的样品。

4.4 将所采样品混匀后,以四分法缩分到不少于 500 g,将样品装于清洁、干燥带塞的棕色瓶中,瓶上注明:生产厂名称、产品名称(标注:钠法或钙法)、批号或生产日期、采样日期及采样人等。

5 试验方法

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水或相当纯度的水。

试验中所需标准溶液、制剂及制品,在没有其他规定时,均按 GB/T 601、GB/T 603 规定制备。

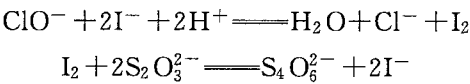
5.1 外观

在自然光下目视观察。

5.2 有效氯的测定

5.2.1 原理

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



5.2.2 试剂和溶液

5.2.2.1 碘化钾溶液:100 g/L。

称取 100 g 碘化钾,溶于 1 000 mL 水中。

5.2.2.2 硫酸溶液:3+100。

量取 30 mL 硫酸,缓缓注入 1 000 mL 水中,冷却、摇匀。

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

5.2.2.4 可溶性淀粉溶液:10 g/L。

5.2.3 仪器

一般实验室仪器。

5.2.4 分析步骤

5.2.4.1 试样溶液制备

称取约 3.5 g 试样(精确到 0.000 1 g),置于研钵中,加少量水,研磨呈均匀乳液,然后全部移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.2.4.2 测定

从试样溶液中量取 25.0 mL 试料溶液,置于带塞的磨口锥形瓶中,加 20 mL 碘化钾溶液和 10 mL 硫酸溶液,在暗处放置 5 min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至浅黄色,加 1 mL 淀粉指示液,溶液呈蓝色,再继续滴定至蓝色消失即为终点。

5.2.4.3 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:

$$w_1 = \frac{(V/1\,000)cM}{m_1 \times 25/500} \times 100 = \frac{2VcM}{m_1} \dots\dots\dots(1)$$

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 ——试样的质量的数值,单位为克(g);

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

5.2.4.4 允许差

平行测定结果之差的绝对值不大于 0.3%。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.3 水分的测定

5.3.1 甲苯法(仲裁法)

5.3.1.1 试剂

甲苯,使用前用无水氯化钙脱水。

5.3.1.2 仪器

一般实验室仪器和以下仪器。

5.3.1.2.1 水分测定器(见图 1)。

5.3.1.2.2 甘油浴。

5.3.1.3 分析步骤

称取约 100 g 试料(精确到 0.01 g),置于干燥的 500 mL 烧瓶(图 1 中 b)中,加 200 mL 甲苯。将仪器按图 1 装好,其系统密闭,开启冷凝器(图 1 中 d)的冷却水。在甘油浴(图 1 中 a)中缓慢加热,油浴温度保持在(135~140)℃,进行回流。当蒸馏接受器(图 1 中 c)中溶液的水层不再增高时,停止加热、冷却。待蒸馏接收器(图 1 中 c)中甲苯与水的界面清晰后,记下水的体积(mL)。

5.3.1.4 结果计算

水分以水(H₂O)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_3}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

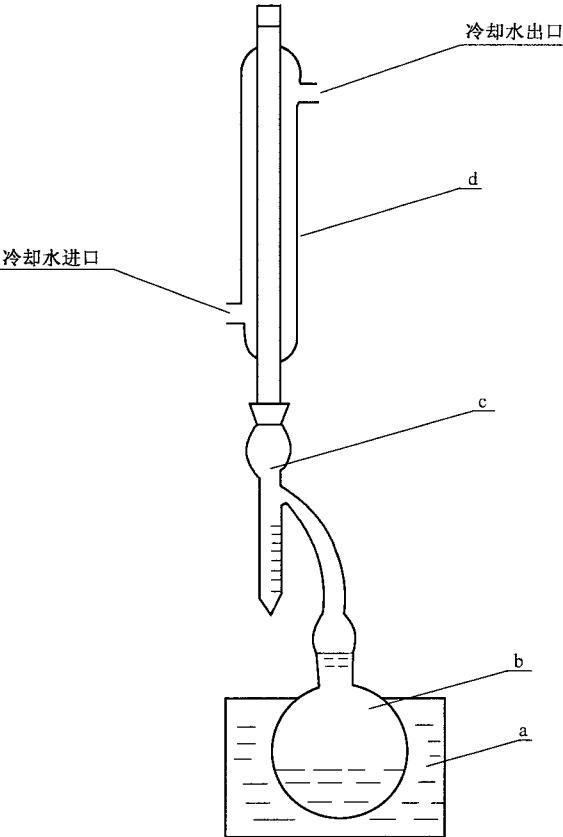
式中:

m_2 ——试料质量,单位为克(g);

m_3 ——蒸馏出的水的质量,单位为克(g)。

5.3.1.5 允许差

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



- a——甘油浴；
- b——500 mL 烧瓶；
- c——蒸馏接受器；
- d——冷凝器。

图 1 水分测定装置示意图

5.3.2 红外干燥法

5.3.2.1 仪器和设备

一般实验室仪器和红外线快速干燥器。

5.3.2.2 分析步骤

用称量瓶称取约 5 g 试料(精确到 0.01 g)，置于快速干燥器红外灯下正中部，在(105~115)℃下烘干 30 min，冷却至室温，称量。

5.3.2.3 结果计算

水分以水(H₂O)的质量分数 w_3 表示，按式(3)计算：

$$w_3 = \frac{m_4 - m_5}{m_4} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中：

m_4 ——试料的质量，单位为克(g)；

m_5 ——干燥后试料的质量，单位为克(g)。

5.3.2.4 允许差

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

5.4 稳定性检验 有效氯损失的测定

5.4.1 试剂和溶液

试剂和溶液同 5.2.2。

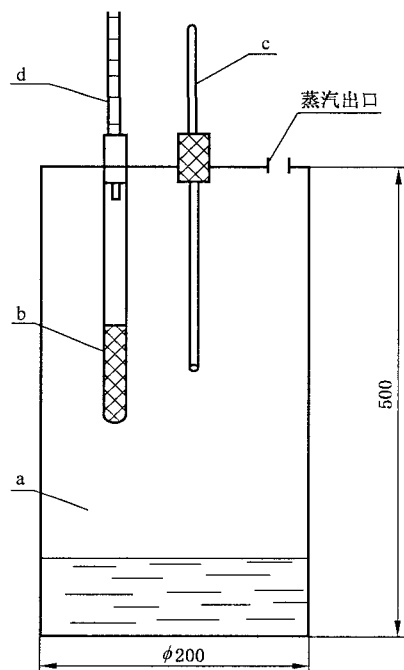
5.4.2 仪器

一般实验室仪器和以下仪器。

5.4.2.1 蒸汽浴 a；

5.4.2.2 玻璃试管 b, $\phi 25\text{ mm} \times 200\text{ mm}$ ；

单位为毫米



- a——蒸汽浴；
b——装有被分析产品的试管(2个)；
c——温度计；
d——空气冷却管。

图 2 测定有效氯损失装置示意图

5.4.2.3 温度计 c, $(0 \sim 150)^\circ\text{C}$, 分度值 0.1°C 。5.4.2.4 空气冷却管 d, $\phi 6\text{ mm} \times 380\text{ mm}$ 。

5.4.3 分析步骤

称取约 15 g 试样(精确到 0.1 g), 置于图 2 中玻璃试管中, 玻璃试管顶部用带有橡皮塞的空气冷却管塞紧, 使空气冷却管下端距样品表面(5~10) mm。再将玻璃试管放入沸腾水的蒸汽浴中, 保持 2 h。之后将玻璃试管从蒸汽浴中取出, 取下橡皮塞及空气冷却管, 将玻璃试管顶部密封好, 冷却至室温。把玻璃试管中的试样移入研钵中研细, 再按 5.2 测定其有效氯的含量 w_4 。

5.4.4 结果计算

有效氯损失以有效氯损失的质量分数 X_1 计, 数值以 % 表示, 按式(4)计算:

$$X_1 = \frac{w_1 - w_4}{w_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

w_1 ——加热前有效氯含量的算术平均值;

w_4 ——加热后有效氯含量的算术平均值。

5.4.5 允许差

加热后有效氯平行测定结果之差的绝对值不大于0.4%。取有效氯平行测定结果的算术平均值为测定结果。

5.5 粒度的测定

5.5.1 仪器

一般的实验室仪器和以下仪器。

5.5.1.1 电动振筛机。

5.5.1.2 标准试验筛,355 μm、1.4 mm和2 mm,筛面直径200 mm,高度50 mm,筛框和筛网为不锈钢材质,应符合GB/T 6003.1中的规定。

5.5.2 分析步骤

将标准试验筛上盖、2 mm(或1.4 mm)试验筛、355 μm试验筛及底盘依次组装。称取约100 g试料(精确到0.1 g),置于2 mm(或1.4 mm)试验筛中,将装有被测试料的组装标准筛安装在电动振筛机上,启动电动振筛机,振动5 min。分别称得2 mm(或1.4 mm)试验筛的筛余物及底盘内筛出物的质量。

5.5.3 结果计算

粒度以粒度的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_6 - m_7 - m_8}{m_6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_6 ——试料质量,单位为克(g);

m_7 ——2 mm(或1.4 mm)试验筛中筛余物的质量,单位为克(g);

m_8 ——底盘中筛出物的质量,单位为克(g)。

5.5.4 允许差

平行测定结果之差的绝对值不大于1%。取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

6 检验规则

6.1 本标准中次氯酸钙产品质量指标判定,采用GB/T 1250中“修约值比较法”。

6.2 本标准规定的检验项目全部为型式检验项目,其中有效氯和水分为出厂检验项目,其余项目为型式检验项目中的抽检项目。如有下述情况:停产后复产、生产工艺有较大改变(如材料、工艺条件等)、合同规定等,应进行型式检验。在正常生产情况下,每月至少进行一次型式检验。

6.3 出厂的次氯酸钙产品应由生产厂的质量监督检验部门进行检验,并附有检验报告,内容包括:生产厂名称、产品名称(标注:钠法或钙法)、产品质量符合本标准的证明、等级、批号或生产日期、本标准编号。生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

6.4 如果检验结果有一项指标不符合本标准要求,应重新加倍在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要求,则该批产品为不合格品。

7 标志、标签、包装、运输、贮存

7.1 标志 标签

7.1.1 出厂的次氯酸钙产品的外包装上应有明显牢固的标志,内容包括:生产厂名称、地址、产品名称(标注:钠法或钙法)、危险化学品、净含量、批号或生产日期、本标准编号、生产许可证编号及标志及GB 190中规定的“氧化剂”和“腐蚀品”标志和安全标签。外包装上还应有GB/T 191中规定的“怕雨”标志。

7.1.2 出厂的次氯酸钙产品应附有安全技术说明书和质量证明书。质量证明书内容包括:生产厂名、

厂址、产品名称(标注:钠法或钙法)、危险化学品、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

按 GB 19109 规定执行。

7.3 运输

运输过程中防止撞击。避免包装损坏、受潮、污染。禁止与酸类、有机物或还原剂等与次氯酸钙发生危险反应的物品混装运输。

7.4 贮存

盛装次氯酸钙的包装应存放于干燥、阴凉、通风的仓库中,避免阳光照射,应远离火种和热源,并禁止与酸类、有机物或还原剂等与次氯酸钙发生危险反应的货物一起存放。
