

ICS 71.060.50
G 12
备案号:18158—2006

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3813—2006

工业高氯酸铵

Ammonium perchlorate for industrial use

2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准与 MIL-A-192B : 1965(1990)《工业高氯酸铵》(英文版)一致性程度为非等效。

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

本标准附录 A 及附录 B 为规范性附录。

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无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准主要起草单位：天津化工研究设计院、福州一化宇航新材料有限公司、重庆长寿化工有限公司。

本标准主要起草人：陆思伟、董升、连少华、李良银。

工业高氯酸铵

1 范围

本标准规定了工业高氯酸铵的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存和安要求。

本标准适用于工业高氯酸铵,该产品主要用于制造焰火、无烟炸药、摄影药剂、人工防冰雹火箭用剂和氧化剂等。

分子式: NH_4ClO_4

相对分子质量:117.49(按 2001 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—1990 危险货物包装标志

GB/T 191—2000 包装储运图示标志

GB/T 606—1988 化学试剂 水分测定通用方法(卡尔·费休法)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6003.1 金属丝织网试验筛

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法 (eqv ISO 3696 : 1987)

GB 15258—1999 化学品安全标签编写规定

GB 16483—2000 危险化学品安全技术说明书编写规定 [eqv ISO 11014-1 : 1994 (E)]

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用试剂及制品的制备

3 要求

3.1 外观:白色结晶粉末。

3.2 工业高氯酸铵应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标	
	优等品	一等品
高氯酸铵(NH ₄ ClO ₄)质量分数/%	≥ 99.5	98.8
水分的质量分数/%	≤ 0.05	0.10
水不溶物质量分数/%	≤ 0.05	0.20
氯化物(以 NaCl 计)质量分数/%	≤ 0.15	0.20
氯酸盐(以 NaClO ₃ 计)质量分数/%	≤ 0.02	0.04
溴酸盐(以 NaBrO ₃ 计)质量分数/%	≤ 0.004	—
硫酸盐灰分质量分数/%	≤ 0.25	0.40
铁(Fe)质量分数/%	≤ 0.001	—
热稳定性[(177±2)℃]/h	≥ 3	—
pH 值	4.3~5.8	
注:产品的细度根据用户要求确定,并按本标准规定的试验方法测定。		

4 试验方法

4.1 安全提示

本标准试验方法中使用的一部分试剂具有毒性、腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

4.2 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—1992 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 之规定制备。

4.3 高氯酸铵含量的测定

4.3.1 蒸馏法(仲裁法)

4.3.1.1 方法提要

高氯酸铵在碱性溶液中蒸馏出 NH₃,用过量的硫酸标准滴定溶液吸收,在指示液存在下,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定过量的硫酸。

4.3.1.2 试剂和溶液

4.3.1.2.1 氢氧化钠溶液:120 g/L。

4.3.1.2.2 硫酸标准溶液: $c(1/2H_2SO_4) \approx 0.2$ mol/L。

4.3.1.2.3 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(NaOH) \approx 0.25$ mol/L。

4.3.1.2.4 甲基红-亚甲基蓝混合指示液。

称取 0.12 g 甲基红及 0.08 g 亚甲基蓝,用无水乙醇溶解并稀释至 100 mL。

4.3.1.3 仪器

蒸馏装置如图 1 所示,或采用附录 A 中的等效蒸馏装置。

4.3.1.4 分析步骤

称取约 1 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于蒸馏瓶中,加入 180 mL 水溶解。加入少量沸石。按图 1 连接装置,并固定,确保蒸馏装置严密,不漏气。冷凝管中通入冷却水。用移液管移取 50 mL 硫酸标准溶液于吸收瓶中。经滴液漏斗往蒸馏瓶中注入 20 mL 氢氧化钠溶液,用少量水冲洗滴液漏斗后,关闭活塞,再加 5 mL 水水封。加热蒸馏 40 min~50 min。当蒸馏瓶中剩有约 100 mL 溶液时,停止加热。用新煮沸的水冲洗直式冷凝器 2 次~3 次,洗水收入吸收瓶中。在吸收瓶中加入 4 滴~5 滴甲基红-亚甲

基蓝混合指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈绿色,即为终点。

用相同的试剂和操作程序做空白试验。

4.3.1.5 结果计算

高氯酸铵含量以高氯酸铵(NH₄ClO₄)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V_0 - V) / 1\,000] c M}{m} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中:

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——滴定试验溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,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 ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——高氯酸铵摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=117.50$)。

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0.3%。

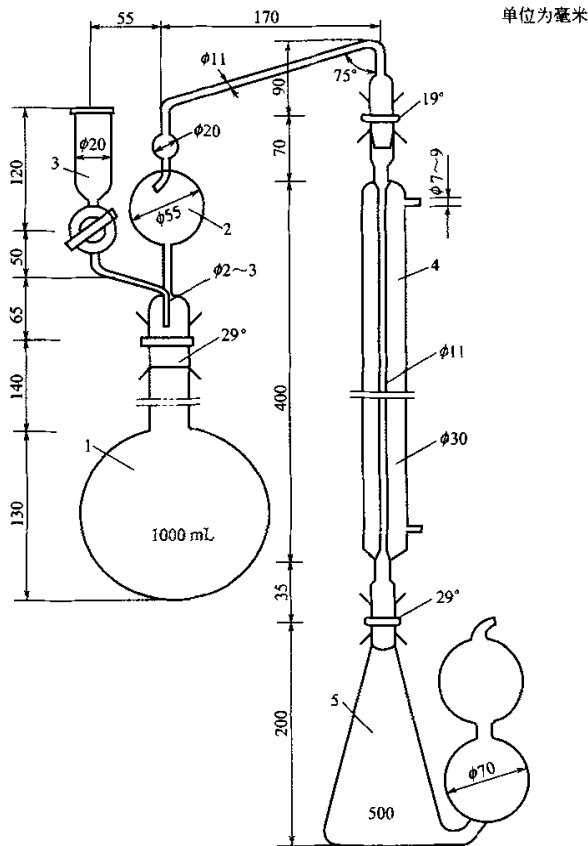


图1 蒸馏装置

- 1——蒸馏瓶,1 000 mL,带 29 号内接标准磨口;
- 2——防溅球管,与蒸馏烧瓶连接的一端带有 29 号外接标准磨口,与冷凝器连接的一端带有 19 号外接标准磨口;
- 3——滴液漏斗,容量为 50 mL;
- 4——冷凝管,有效长度约 400 mm,进口为 19 号内接标准磨口,出口为 29 号外接标准磨口;
- 5——吸收瓶,500 mL,瓶口为 29 号内接标准磨口,瓶侧连接双连球。

4.3.2 甲醛法

4.3.2.1 原理

甲醛与铵盐反应,按化学计量关系定量生成 H^+ 和质子化的 $(CH_2)_6N_4H^+$ ($K'_a=7.1\times 10^{-6}$)



用 NaOH 标准溶液滴定混合液,计量点时产物为 $(CH_2)_6N_4$,其水溶液显微碱性,可选用酚酞作指示剂,当混合液被滴定至呈微红色时停止滴定。

4.3.2.2 试剂和溶液

4.3.2.2.1 甲醛溶液:250 g/L。

按附录 B 规定的方法进行制备。

4.3.2.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(NaOH)\approx 1\text{ mol/L}$ 。

4.3.2.2.3 酚酞指示液:1 g/L。

4.3.2.3 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 碘量瓶中,用 40 mL 水溶解,加入 65 mL 甲醛水溶液,摇匀。放置 30min 后,加入 2 滴~3 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至微红色并维持 30s,即为终点。

4.3.2.4 结果计算

高氯酸铵含量以高氯酸铵(NH_4ClO_4)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{VcM}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——滴定试样溶液所消耗的氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,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 ——试样质量的数值,单位为克(g);

M ——高氯酸铵摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=117.50$)。

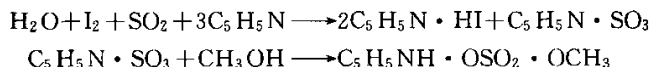
取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.3%。

4.4 水分的测定

4.4.1 卡尔·费休法(仲裁法)

4.4.1.1 原理

卡尔·费休试剂(碘、二氧化硫、吡啶和甲醇组成的溶液)能与试样中的水定量反应,反应式:



用合适的溶剂溶解样品,用卡尔·费休试剂滴定,即可测出样品的水分,滴定终点用“永停”法。

4.4.1.2 试剂和溶液

4.4.1.2.1 无水甲醇:在镁的存在下蒸馏脱水。

4.4.1.2.2 无水吡啶:在 19 份(体积)吡啶中加入 1 份(体积)苯蒸馏脱水,弃去前 5% 的馏出液,收集剩余的馏出液。

4.4.1.2.3 碘:于硫酸干燥器中干燥 48 h 以上。

4.4.1.2.4 二氧化硫:钢瓶装或由硫酸分解亚硫酸钠制得,均需经干燥脱水处理。

4.4.1.2.5 酒石酸钠:在 (155 ± 5) °C 下干燥 4 h。

4.4.1.2.6 吡啶-甲醇溶液:3 份(体积)无水吡啶与 1 份(体积)无水甲醇混合。

4.4.1.2.7 卡尔·费休试剂。

a) 配制:量取 (425 ± 5) mL 吡啶置于 1 000 mL 干燥的磨口棕色瓶中,加 (133 ± 1) g 碘,盖紧瓶塞,振摇至碘全部溶解。加入 (425 ± 5) mL 无水甲醇,混匀。在冰浴中冷却,缓慢通入经脱水处理的二

氧化硫至溶液增重 102 g~105 g。混合均匀于暗处放置 12 h 以上。用无水甲醇稀释至每毫升卡尔·费休试剂相当于 2.5 mg~3.0 mgH₂O。

b) 标定:向卡尔·费休水分测定仪反应器中加入 100 mL 无水甲醇,在搅拌条件下,用卡尔·费休试剂滴定反应器内溶液至终点。按 GB/T 606—1988 规定的“永停法”确定滴定终点。称取 0.1 g 酒石酸钠,准确至 0.000 2 g。迅速注入反应器溶液中,待酒石酸钠溶解后,用卡尔·费休试剂滴定溶液至再次达到终点。记录第二次滴定消耗的卡尔·费休试剂体积。重复标定数次,直到三次测定结果的差值不超过 0.05 mgH₂O/mL 为止。

c) 计算:卡尔·费休试剂滴定度(T)数值,以(mgH₂O/mL)表示,按式(3)计算:

$$T=0.1566 \times \frac{m}{V} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m——酒石酸钠质量的数值,单位为毫克(mg);

V——第二次滴定消耗卡尔·费休试剂体积的数值,单位为毫升(mL);

0.1566——酒石酸钠因子。

4.4.1.3 仪器

卡尔·费休水分测定仪。

4.4.1.4 分析步骤

向卡尔·费休水分测定仪反应器中加入 100 mL 吡啶-甲醇溶液。在搅拌条件下,用卡尔·费休试剂滴定至终点。称取 5 g~8 g 试样,精确至 0.2 mg。迅速加入到反应器中,搅拌至试样完全溶解,用卡尔·费休试剂滴定至终点。记录消耗的卡尔·费休试剂的体积。

4.4.1.5 结果计算

水分以质量分数 *w*₂ 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_2 = \frac{VT}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V——加试样后滴定所消耗的卡尔·费休试剂体积的数值,单位为毫升(mL);

T——卡尔·费休试剂滴定度的数值,单位为毫克水每毫升(mgH₂O/mL);

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 0.005 %。

注:产品粒度为 180 μm~450 μm 时必须采用此方法。

4.4.2 重量法

4.4.2.1 方法提要

将试料在(105±2)℃下加热烘干至恒重,计算干燥后试料减少的质量。

4.4.2.2 仪器、设备

4.4.2.2.1 称量瓶:扁形带盖,容量为加入试样后,试样厚度小于 5 mm;

4.4.2.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在(105±2)℃;

4.4.2.2.3 干燥器:内盛适当的干燥剂(如变色硅胶、五氧化二磷等);

4.4.2.2.4 天平:光电分析天平或电子天平,分度值为 0.1 mg。

4.4.2.3 分析步骤

将电热恒温干燥箱调节至(105±2)℃,然后将称量瓶置于电热恒温干燥箱中干燥,取出后在干燥器中冷却(时间一般为 20min~40min,重复操作的冷却时间一定要相同),称量,精确至 0.1 mg。反复操作至恒重。

用已恒重的称量瓶,称取约 10 g 试样,精确至 0.1 mg。试料表面轻轻压平,放入已调节至(105±2)℃的

电热恒温干燥箱中(称量瓶应放在温度计水银球的周围)。称量瓶盖稍微错开或取下与试样同时干燥。

烘干 2 h~4 h 后,将称量瓶和盖子迅速移至干燥器中冷却。冷却后盖好盖子,称量,精确至 0.1 mg。重复操作至恒重,重复干燥时间约 1 h。

4.4.2.4 结果计算

水分以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- m_0 ——称量瓶的质量的数值,单位为克(g);
- m_1 ——称量瓶和干燥前试样质量的数值,单位为克(g);
- m_2 ——称量瓶和干燥后试样质量的数值,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 0.005 %。

4.5 水不溶物含量的测定

4.5.1 方法提要

试样溶于热水中,用预先在(105±2)℃下烘至恒重的玻璃砂坩埚过滤、洗涤、干燥至恒重,称量。

4.5.2 仪器

玻璃砂坩埚:滤板孔径 5 μm~15 μm。

4.5.3 分析步骤

称取约 25 g 试样,精确至 0.01 g。置于 250 mL 烧杯中,加 150 mL 水加热溶解。用预先在(105±2)℃下烘至恒重的玻璃砂坩埚过滤,用约 100 mL 水,分 10 次洗涤。将玻璃砂坩埚置于(105±2)℃烘箱内干燥 1.5 h,放入干燥器内冷却至室温,称量,精确至 0.2 mg。重复干燥到恒重。

4.5.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- m_1 ——水不溶物及玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);
- m_0 ——玻璃砂坩埚质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

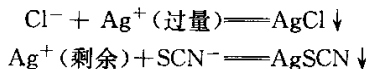
取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.005 %。

4.6 氯化物含量的测定

4.6.1 银量法

4.6.1.1 原理

加过量 Ag^+ 与 Cl^- 生成 $AgCl$ 沉淀,在含 Ag^+ 的酸性溶液中,加入硫酸铁铵指示剂,用硫氰酸钾标准滴定溶液滴定。其主要反应式为:



4.6.1.2 试剂和溶液

4.6.1.2.1 硝基苯。

4.6.1.2.2 硝酸溶液:1+3。

4.6.1.2.3 硝酸银标准溶液: $c(AgNO_3) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.6.1.2.4 硫氰酸钾标准滴定溶液: $c(KSCN) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。

4.6.1.2.5 硫酸铁铵指示液:称取约 80 g 硫酸铁铵溶解在 1 000 mL 水中。

4.6.1.3 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g。置于 250 mL 带塞的锥形瓶中,加入 50 mL 水溶解,加入 10 mL 的硝酸溶液。用移液管移取 10 mL 硝酸银标准溶液,置于锥形瓶中,加 1 mL 硝基苯,盖上塞子,强烈振荡 1 min。加入 3 mL 硫酸铁铵指示剂。用硫氰酸钾标准滴定溶液滴定至粉红色,经强烈振荡后维持 30 s 不褪色,即为终点。

用相同的试剂和操作程序做空白试验。

4.6.1.4 结果计算

氯化物含量以氯化钠(NaCl)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_4 = \frac{[(V_0 - V)/1\,000]cM}{m} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

V_0 ——滴定空白溶液所消耗的硫氰酸钾标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——滴定试样溶液所消耗的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的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试样的质量的数值,单位为克(g);

M ——氯化物(以 NaCl 计)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=58.44$)。

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 %。

4.6.2 比浊法

4.6.2.1 方法提要

在硝酸介质中, Ag^+ 与 Cl^- 生成难溶的 $AgCl$ 沉淀,当 Cl^- 含量较低时,在一定时间内 $AgCl$ 呈悬浮体,使溶液浑浊,可用于氯化物的目视比浊测定。

4.6.2.2 试剂和溶液

4.6.2.2.1 硝酸溶液:1+3。

4.6.2.2.2 硝酸银溶液:17 g/L。

4.6.2.2.3 氯化钠标准溶液: $c(NaCl)=0.015$ mg/mL。

配制:称取 0.015 g 于 500 °C ~ 600 °C 灼烧至恒重的氯化钠,溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.6.2.3 仪器

4.6.2.3.1 比色管:50 mL。

4.6.2.3.2 半微量滴定管。

4.6.2.4 分析步骤

4.6.2.4.1 试样溶液的制备

称取(1.00±0.01) g 试样。用少量水溶解后,转移到 50 mL 比色管中,加入 1 mL 硝酸和 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

4.6.2.4.2 标准比对溶液的制备

在 50 mL 比色管中加入 1 mL 硝酸和 1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至接近刻度。

4.6.2.4.3 测定

用微量滴定管向标准比对溶液的比色管中滴加氯化钠标准溶液,直至标准比对溶液的浊度与试样溶液的浊度相同时为止。

4.6.2.5 结果计算

氯化物含量以氯化钠(NaCl)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_4 = \frac{Vc}{m \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中:

V ——滴定标准比溶液消耗氯化钠标准溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——氯化钠标准比溶液的质量浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m ——试样的质量的数值,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 %。

4.7 氯酸盐含量的测定

4.7.1 方法提要

用过量的亚铁盐还原产品中的氯酸盐,用高锰酸钾滴定过量的亚铁盐,同时做空白试验。由高锰酸钾两次滴定之差,计算出氯酸盐含量。

4.7.2 试剂和材料

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

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

4.7.3 仪器

微量滴定管;分度值 0.01 mL 或 0.02 mL。

4.7.4 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g。置于 250 mL 锥形瓶中,加 100 mL 水。加热溶解,取下冷却至室温。用移液管加入 5 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液,煮沸 5 min。冷却后,用高锰酸钾标准滴定溶液滴至粉红色出现,并保持 30 s 不褪色即为终点。

同时做空白试验。

注:如 V 值很小,应当适当增加硫酸亚铁铵标准溶液的加入量(用移液管准确加入)。

4.7.5 结果计算

氯酸盐含量以氯酸钠(NaClO_3)的质量分数 w_5 计,数值以 % 表示,按式(9)计算:

$$w_5 = \frac{[(V_0 - V)/1000]cM}{m} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

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

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

c ——高锰酸钾($1/5\text{KMnO}_4$)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 ——氯酸钠($1/6\text{NaClO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=17.74$)。

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 %。

4.8 溴酸盐含量的测定

4.8.1 方法提要

在酸性介质中,溴酸盐与碘化钾反应释出碘,以淀粉为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定释出的碘。

4.8.2 试剂

4.8.2.1 盐酸溶液:1+10。

4.8.2.2 碘化钾溶液:100 g/L,贮存于棕色瓶中,有效期一周。

4.8.2.3 淀粉指示液:5g/L(有效期 15 天)。

4.8.2.4 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约 0.01 mol/L。

用移液管移取 50 mL 按 HG/T 3696.1 配制并标定后的 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约为 0.1 mol/L 的硫代硫酸钠标准滴定溶液,置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.8.3 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于碘量瓶中,加 100 mL 水溶解,加 5 mL 碘化钾溶液和 5 mL 盐酸溶液,置于暗处 30 min。用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,近终点(淡黄色)时,加 3 mL 淀粉指示液,继续滴定至无色即为终点。

同时作空白试验。

4.8.4 结果计算

溴酸盐含量以溴酸钠(NaBrO_3)的质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(10)计算:

$$w_6 = \frac{[(V - V_0) / 1000] c M}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

V ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液体积的数值,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 ——溴酸钠($1/6\text{NaBrO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=25.17$)。

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 0.001 %。

4.9 硫酸盐灰分含量的测定

4.9.1 方法提要

将试样加入硫酸并加热分解,置于高温炉中灼烧,测定残余物质量。

4.9.2 试剂和溶液

硫酸。

4.9.3 仪器、设备

4.9.3.1 瓷坩埚或二氧化硅坩埚。

4.9.3.2 高温炉:温度能控制在 (800 ± 10) °C。

4.9.4 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g。置于预先在约 (800 ± 10) °C下灼烧至恒重的瓷坩埚或二氧化硅坩埚内。加 3 mL 硫酸,在通风橱内置于可调温电炉上,缓慢加热使试样分解,直至白烟冒尽。转入高温炉中,在约 (800 ± 10) °C下灼烧 40 min,自然冷却 5 min,再放入干燥器内冷却至室温,称量,如此反复直至恒重。

4.9.5 结果计算

硫酸盐灰分以质量分数 w_7 计,数值以%表示,按式(11)计算:

$$w_7 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

m_1 ——硫酸盐灰分及坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——坩埚质量的数值,单位为克(g);

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 0.05 %。

4.10 铁含量的测定

4.10.1 方法提要

试样经分解后,在酸性介质中,试样中的铁离子与加入的硫氰酸盐显色,与标准比色溶液进行目视比色。

4.10.2 试剂和溶液

4.10.2.1 硫酸。

4.10.2.2 硫酸溶液:1+9。

4.10.2.3 硫氰酸钾溶液:30 g/L。

4.10.2.4 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)10 μg ,此溶液用前配制。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.10.3 仪器

比色管:50 mL。

4.10.4 分析步骤

4.10.4.1 铁标准系列比色溶液的制备

用移液管向 4 支比色管中分别加入 0 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液,再分别加入 10 mL 硫酸溶液。此铁标准系列比色溶液的质量浓度分别为 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.10.4.2 试样溶液的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g。置于 30 mL 烧杯内,加 5 mL 浓硫酸,待试样全部润湿后,在通风柜内的电炉上加热,使试样分解,大约剩 2 mL 溶液时,取下冷却。加少量水溶解固体,温热,取下冷却,转移至 50 mL 的比色管中。

4.10.4.3 比色

分别在铁标准系列比色溶液和试样溶液中加入 10 mL 硫氰酸钾溶液,用水稀释至刻度,摇匀。立即与铁标准系列比色溶液比色。比色须在加入硫氰酸钾溶液后半小时内完成。当试样溶液比色管中溶液的颜色比铁标准系列比色溶液中 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2 $\mu\text{g}/\text{mL}$,对应的一支比色管中溶液的颜色浅或二者颜色相同时,试样中铁质量分数分别是 0 %、不大于 0.0005 %、不大于 0.001 %、不大于 0.002 %。

4.11 热稳定性测定

4.11.1 试剂和溶液

4.11.1.1 碘化钾。

4.11.1.2 淀粉溶液:10 g/L。

4.11.2 仪器、设备

4.11.2.1 玻璃皿: ϕ 80 mm。

4.11.2.2 电热干燥箱:温度能控制在 (177 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ 。

4.11.3 分析步骤

4.11.3.1 试样制备

称取约 10 g 试样四份,精确至 0.1 g。分别置于玻璃皿中。将盛有试样的玻璃皿放入鼓风干燥箱内距顶部 10 cm 处架子上,保持温度 (177 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ 。2 h 后从干燥箱中取出一份试样,以后每隔 1 h 再取出一份。试样放入干燥器内冷却 20min ~30min。

4.11.3.2 测定

称取约 5 g 干燥并已冷却后的试样,精确至 0.01 g。置于 250 mL 碘量瓶中,加入 100 mL 水、0.5 g 碘化钾和 5 mL 淀粉溶液,搅拌使试样溶解。溶液应为无色,如果呈现紫色或蓝色则表示试样已发生分解。

4.12 pH 值测定

4.12.1 仪器、设备

酸度计:分度值为 0.02pH 单位并配有玻璃测量电极和饱和甘汞参比电极。

4.12.2 分析步骤

称取 (20 ± 0.1) g 试样。置于 100 mL 烧杯中。加入 50 mL 新煮沸的水,搅拌溶解,冷却至室温,如

溶液浑浊应过滤。用酸度计进行测定。

4.13 细度的测定

4.13.1 仪器、设备

4.13.1.1 试验筛：R40/3 系列， $\phi 200$ mm，带有筛底和筛盖。

4.13.1.2 羊毛刷：6 号或 7 号板刷。

4.13.2 分析步骤

称取约 50 g 试样，精确至 0.01 g，一次或分数次移入试验筛内，用羊毛刷在筛网上轻轻刷试料，使其通过筛网，直至筛下所垫黑纸没有试料痕迹。将筛余物移至已知质量的表面皿或硫酸纸中称量，精确至 0.2 mg。

4.13.3 结果计算

细度以筛余物的质量分数 w_8 计，数值以 % 表示，按式(12)计算：

$$w_8 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

式中：

m_1 ——筛余物质量的数值，单位为克(g)；

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 0.1 %。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目均为出厂检验项目，应逐批检验。

5.2 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高氯酸铵为一批，每批产品不超过 5 t。

5.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。每一桶为一包装单元。采样时，采用符合 GB/T 6679 的规定窗板封闭式采样器，将产品表面拨开，在桶的上、中和下部采样，从每个选取的包装单元中，取出不少于 100 g 的样品。将所采的样品混匀后用四分法缩分至约 500 g，立即分装于两个清洁干燥带磨口塞的广口瓶中，密封。瓶上粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验，另一瓶保存备查，保留时间由生产厂根据实际需要确定。

5.4 工业高氯酸铵应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的要求进行检验，生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

5.5 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品。

5.6 采用 GB/T 1250 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

6 标志、标签

6.1 工业高氯酸铵包装件上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号，以及 GB 190—1990 中规定的“氧化剂”标志和 GB 191—2000 中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

6.2 每批出厂的工业高氯酸铵都应附有质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、商标、等级、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

6.3 工业高氯酸铵的包装内应附有符合 GB 16483—2000 规定的《化学品安全技术说明书》，并在包装（包括外包装件）上加贴或者拴挂符合 GB 15258—1999 规定的《化学品安全标签》。

7 包装、运输、贮存

7.1 工业高氯酸铵产品采用双层包装。对于铁路运输的包装材料参见《铁路危险货物运输管理规则》，

对于公路、水路运输的包装材料参见《汽车危险货物运输规则》及《水路危险货物运输规则》的规定。包装时将袋内空气排净后,扎紧袋口。

工业高氯酸铵产品的包装应坚固完好,能抗御运输、储存和装卸过程中正常的冲击、振动和挤压,并便于装卸和搬运。每件净含量为 40 kg 或 50 kg。

7.2 工业高氯酸铵在运输过程中应有遮盖物,防止曝晒和雨淋,防止猛烈撞击。包装破损,不得倒置。禁止与还原剂、有机物、易燃物(如硫、磷或金属粉末等)混运。装卸时要轻拿轻放,防止摩擦,严禁撞击。

7.3 工业高氯酸铵是强氧化剂,产品应贮存在通风良好,阴凉、干燥的库房内,防止曝晒、受潮,防撞击,远离易燃易爆物品,禁止与还原剂、有机物、易燃物(如硫、磷或金属粉末等)同仓共贮。

7.4 在符合本标准贮存运输条件下,工业高氯酸铵产品贮存期为五年。贮存期满后,使用前应检验是否符合本标准的要求。

8 安全要求

工业高氯酸铵是强氧化剂,当它与还原剂、有机物、易燃物(如硫、磷或金属粉末等)混合时可形成爆炸性混合物,急剧加热时可发生爆炸。在生产、运输、贮存和使用中需严格执行安全规程,防止事故发生。

附录 A
(规范性附录)
高氯酸铵含量测定 蒸馏法等效蒸馏装置

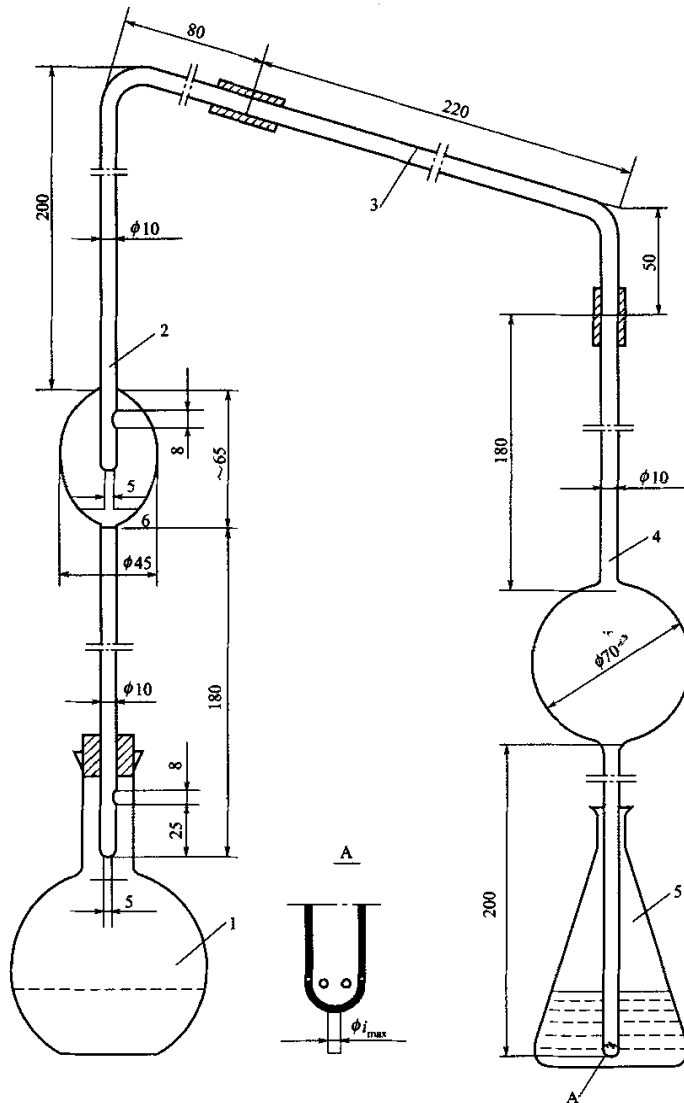


图 A.1 蒸馏法等效蒸馏装置

- 1——平底蒸馏瓶, 容积 1 000 mL;
 2——气液分离球;
 3——导管;
 4——带有缓冲球的氨吸收管(插入锥形瓶底部的管端处有直径 1 mm 的小孔, 孔的分布如图中所示);
 5——锥形瓶, 容积 500 mL。

附录 B
(规范性附录)
甲醛溶液的制备

B.1 试剂

B.1.1 亚硫酸钠标准溶液: $c(\text{Na}_2\text{SO}_3)=1.0 \text{ mol/L}$ 。

制备:称取 126.0 g 无水亚硫酸钠用水溶解,置于 1 000 mL 容量瓶中,并稀释至刻度,摇匀。

B.1.2 硫酸标准滴定溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1.0 \text{ mol/L}$ 。

B.1.3 酚酞指示液: 10 g/L。

B.2 溶液的制备**B.2.1 采用多聚甲醛配制**

称取 280 g 多聚甲醛,加 800 mL 水及 35 mL 氨水,加热溶解后,冷却至室温,过滤,或静置 1 天~2 天,取上层清液,按照(B.3)规定的方法测定甲醛含量,再配制成 250 g/L 的甲醛溶液。

B.2.2 采用试剂甲醛溶液配制

将甲醛溶液置于蒸馏瓶中,缓慢加热至 96 °C 左右,蒸馏至甲醛中甲醇含量小于 1 % 后(蒸馏至体积约剩余二分之一)停止加热,将剩余溶液按(B.3)规定的方法测定甲醛含量,再配制成 250 g/L 的甲醛溶液。

B.3 测定

移取 50.0 mL 亚硫酸钠标准溶液于 250 mL 锥形瓶中,加 3 滴~4 滴酚酞指示液,用硫酸滴定溶液滴定至浅红色,用移液管加入 3.0 mL 甲醛溶液,用硫酸标准滴定溶液滴定至浅红色,2min 不消失即为终点。

B.4 结果计算

甲醛含量 w_B ,数值以 g/L 表示,按式(B.1)计算:

$$w_B = \frac{V_1 c M}{V} \times 100 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

V ——滴定时移取甲醛溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_1 ——滴定时所消耗的硫酸标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫酸($1/2\text{H}_2\text{SO}_4$)标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——甲醛的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=30.03$)。