



中华人民共和国国家标准

GB/T 752—2006
代替 GB 752—1994

工业氯酸钾

Potassium chlorate for industrial use

2006-09-14 发布

2007-02-01 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

本标准修改采用美国军用标准 MIL-P-150D:1982(1989 年确认)《工业氯酸钾》(英文版)。

本标准根据美国军用标准 MIL-P-150D:1982(1989 年确认)《工业氯酸钾》重新起草。

在采用 MIL-P-150D:1982(1989 年确认)时,本标准做了一些修改,有关技术性差异及结构性差异已编入正文中并在它们涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。附录 A 和附录 B 中给出了这些技术性差异及结构性差异及原因的一览表以供参考。

本标准代替 GB 752—1994《工业氯酸钾》。

本标准与 GB 752—1994 的主要技术性差异如下:

——标准的要求中增加了合格品指标;

——要求中增加了次氯酸盐、亚氯酸盐、重金属、碱土金属含量指标,取消了硫酸盐及铁含量指标(1994 年版的 3.2,本版的 3.2);

——氯化物(以 Cl 计)含量、溴酸盐(以 BrO_3 计)含量改为氯化物(以 KCl 计)含量、溴酸盐(以 KBrO_3 计)含量(1994 年版的 3.2,本版的 3.2),与美国军用标准一致;

——增加了次氯酸盐、亚氯酸盐、重金属、碱土金属含量的测定方法(本版的 4.6)。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

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/TC 63/SC 1)归口。

本标准主要起草单位:天津化工研究设计院、福州一化化学品股份有限公司、湖南资兴市九星化工有限公司、大连北方氯酸钾厂。

本标准主要参加起草单位:重庆长寿化工有限责任公司。

本标准主要起草人:陆思伟、许瑞光、朱元生、杨志敏。

本标准所代替标准的历次版本发布情况:

——GB 752—1965、GB 752—1977、GB 752—1985、GB 752—1994。

工业氯酸钾

1 范围

本标准规定了工业氯酸钾的要求,试验方法,检验规则,标志、标签,包装、运输、贮存及安全要求。

本标准适用于工业氯酸钾。该产品主要用于火柴、焰火、冶金、医药行业中的氧化剂及制造其他高氯酸盐等。

分子式:KClO₃

相对分子质量:122.55(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(eqv ISO 780:1997)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

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 6003.1 金属丝编织网试验筛

GB/T 6678 化工产品采样总则

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

GB 15258 化学品安全标签编写规定

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:白色结晶状粉末。

3.2 工业氯酸钾应符合表 1 要求。

表 1 要 求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
氯酸钾(KClO ₃)质量分数/% ≥	99.5	99.2	99.0
水分质量分数/% ≤	0.05	0.10	0.10
水不溶物质量分数/% ≤	0.02	0.10	0.10
氯化物(以 KCl 计)质量分数/% ≤	0.04	0.06	0.10
溴酸盐(以 KBrO ₃ 计)质量分数/% ≤	0.05	0.10	0.15
次氯酸盐试验	通过		
亚氯酸盐试验	通过		
重金属试验	通过		
碱土金属试验	通过		
125 μm 试验筛筛余物质量分数/% ≤	0.5	1.0	1.0

4 试验方法

4.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性、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 的制定制备。

4.3 氯酸钾含量的测定

4.3.1 方法提要

用已知量(过量)的铁(II)盐还原氯酸盐, 以二苯胺磺酸钠为指示液, 用重铬酸钾标准滴定溶液滴定过量的铁(II)盐。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 硫磷混酸: 3+2;

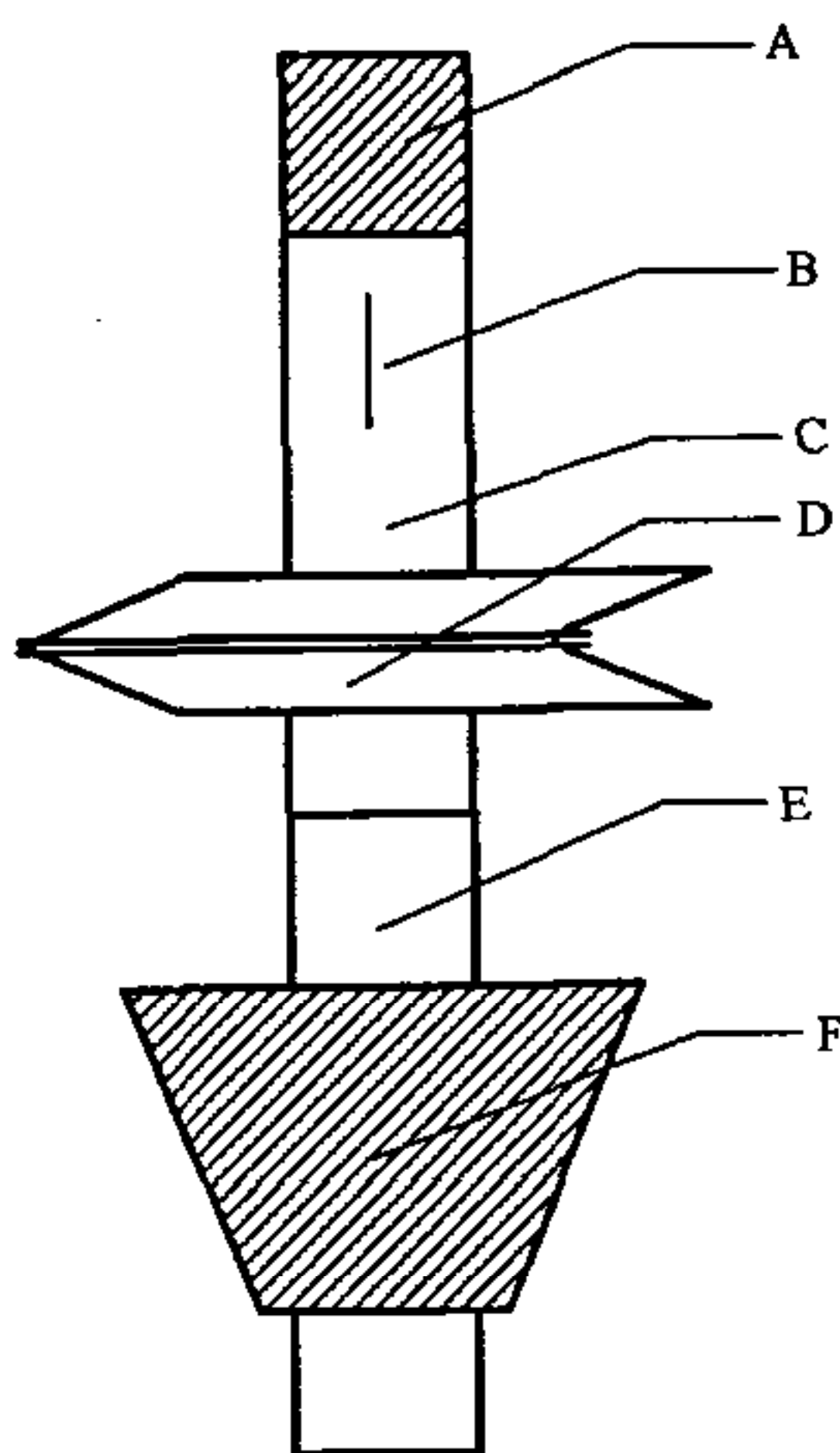
4.3.2.2 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)$ 约 0.1 mol/L;

4.3.2.3 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2]$ 约 0.1 mol/L;

4.3.2.4 二苯胺磺酸钠指示液: 5 g/L。

4.3.3 仪器

本生阀(见图 1)。



- A——玻璃塞;
- B——在橡皮管上切一长孔(长度 7 mm);
- C——橡皮管;
- D——弹簧夹;
- E——玻璃管;
- F——橡皮塞。

图 1 本生阀

4.3.4 分析步骤

称取约 2.5 g 试样, 精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 烧杯中, 加水溶解, 全部移至 1 000 mL 容量瓶

中,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 25 mL 上述溶液,置于 500 mL 锥形瓶中,用移液管移取 50 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液于锥形瓶中。缓慢加入 20 mL 硫磷混酸,摇匀,塞上本生阀,在电炉上煮沸 10 min。夹紧弹簧夹 E,冷却至室温,取下本生阀。加 150 mL 水,5 滴二苯胺磺酸钠指示液,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至溶液变为紫色为终点。

同时作空白试验。

4.3.5 结果计算

氯酸钾含量以氯酸钾(KClO_3)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{[(V_0 - V)/1\,000]cM}{m(25/1\,000)} \times 100 - 0.733\,8w_5 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V_0 ——空白试验所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液(4.3.2.4)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V ——滴定试验溶液所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液(4.3.2.4)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——重铬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 ——氯酸钾($1/6\text{KClO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=20.42$);

0.733 8——溴酸盐(以 KBrO_3 计)换算为氯酸钾的系数;

w_5 ——按 4.7 测得的溴酸盐(以 KBrO_3 计)的质量分数;

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 0.2%。

4.4 水分的测定

4.4.1 方法提要

在一定温度下,将试样进行干燥,根据干燥前后试样质量的差值,计算水分。

4.4.2 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于已在 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 下烘至恒量的称量瓶中,于电热恒温干燥箱中,在 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 下烘至恒量,置于干燥器中冷却至室温,称量。

4.4.3 结果计算

水分的质量分数 w_2 ,数值以%表示,按式(2)计算:

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

式中:

m_1 ——干燥后试料质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量数值,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%。

4.5 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 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 下烘至恒重的玻璃砂坩埚过滤、洗涤、干燥至恒量,称量。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 亚硝酸钠;

4.5.2.2 硝酸溶液:1+1;

4.5.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。

4.5.3 仪器

4.5.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径($5 \sim 15$) μm 。

4.5.4 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g。置于 500 mL 烧杯中,用 300 mL 热水溶解,用预先在 105℃~110℃ 下烘至恒量的坩埚过滤,以热水洗涤玻璃砂坩埚中的不溶物,洗涤至滤液中无氯酸根为止。置于电烘箱中,在 105℃~110℃ 下干燥至恒量。

氯酸根离子的检验:用试管接(1~2)mL 滤液,加入几粒固体亚硝酸钠及数滴硝酸溶液,再加入数滴硝酸银溶液后应不呈浑浊。

4.5.5 结果计算

水不溶物的质量分数 w_3 ,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

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,平行测定结果的绝对差值不大于 0.002%。

4.6 氯化物含量的测定

4.6.1 方法提要

同 GB/T 3051—2000 第 2 章。

4.6.2 试剂和材料

同 GB/T 3051—2000 第 4 章。

4.6.3 仪器

4.6.3.1 微量滴定管:分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

4.6.4 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,加 200 mL 水使其溶解,加 3 滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液至溶液呈黄色,再过量 5 滴,加入 1.00 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,用硝酸汞标准滴定溶液 $c[(1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O})]=0.02 \text{ mol/L}$ 滴定至溶液由黄色变为紫红色即为终点。同时作空白试验。

滴定后的含汞废液按 GB/T 3051—2000 附录 D 处理。

4.6.5 分析结果的表述

氯化物含量以氯化钾(KCl)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_4 = \frac{[(V - V_0)/1\ 000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

V ——滴定试验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_0 ——空白试验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);

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(以 KCl 计)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=74.56$);

m ——试料的质量的数值,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%。

4.7 溴酸盐含量的测定

4.7.1 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。

4.7.2 试剂

4.7.2.1 盐酸溶液:1+10;

4.7.2.2 碘化钾溶液:100 g/L,贮存于棕色瓶中,有效期一周;

4.7.2.3 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。

4.7.2.4 淀粉指示液:5 g/L(有效期15天)。

4.7.3 分析步骤

称取约2 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。

4.7.4 结果计算

溴酸盐含量以溴酸钾(KBrO_3)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{[(V - V_0)/1\ 000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

V ——滴定试验溶液消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.7.2.4)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验时消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液(4.7.2.4)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 ——溴酸盐含量以溴酸钾($1/6\text{KBrO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=27.80$)。

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

4.8 次氯酸盐含量的测定

称取约(10±0.1)g试样。置于400 mL烧杯中,加200 mL水溶解。放入一条碘化钾-淀粉试纸,不应立即呈现蓝色,否则表明有次氯酸盐存在。如果次氯酸盐不存在,若需要,保留此溶液用于4.9中亚氯酸盐的测定。如次氯酸盐存在,则不作亚氯酸盐测定。

4.9 亚氯酸盐含量的测定

如按4.8进行检验时无次氯酸盐,则向溶液中加入5 mL[$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)$ 约0.1 mol/L]的硫酸溶液,并用新的碘化钾-淀粉试纸检验,不得立刻呈现蓝色,否则表明有亚氯酸盐存在。

4.10 重金属含量的测定

4.10.1 方法提要

在弱酸性条件下,硫化钠与重金属离子反应,采用目视法进行判断。

4.10.2 试剂

4.10.2.1 盐酸或硫酸溶液:0.1 mol/L;

4.10.2.2 硫化钠溶液:5 g/L;

称取硫化钠5 g,溶于10 mL水及30 mL丙三醇中。此溶液遮光、密封保存,3个月内有效。

4.10.3 分析步骤

称取(1.25±0.01)g试样。置于150 mL锥形瓶中,加25 mL水溶解,加入1 mL盐酸溶液或硫酸溶液,摇匀。向溶液中加入5滴硫化钠溶液,摇匀,放置10 min后溶液不得产生棕色沉淀。

4.11 碱土金属含量的测定

4.11.1 方法提要

在弱碱性条件下,试验溶液中的碱土金属离子与草酸根离子生成难溶的草酸盐,以此判别有无碱土金属离子。

4.11.2 试剂

4.11.2.1 氨水溶液:1+9;

4.11.2.2 草酸铵溶液:100 g/L。

4.11.3 分析步骤

称取(1.25±0.01)g 试样。置于 150 mL 锥形瓶中,加 25 mL 水溶解。加入 1 mL 氨水溶液和 5 mL 的草酸铵溶液,将溶液加热至近沸,待溶液冷却到室温,不得产生沉淀。

4.12 筛余物的测定

4.12.1 仪器、设备

4.12.1.1 试验筛:R40/3 系列(符合 GB/T 6003.1),Φ200 mm×50 mm/0.125 mm,带有筛底和筛盖;

4.12.1.2 羊毛刷:6 号或 7 号板刷。

4.12.2 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 0.000 2 g)。

4.12.3 结果计算

筛余物的质量分数 w_6 ,数值以 % 表示,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(6)$$

式中:

m_1 ——125 μm 试验筛筛余物的质量的数值,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 本标准采用型式检验和出厂检验。

5.1.1 型式检验:要求中规定的所有指标项目为型式检验项目,在正常情况下每一个月至少进行一次型式检验。

5.1.2 出厂检验:氯酸钾含量、水分、氯化物含量、溴酸盐含量、筛余物五项指标为出厂检验项目,应逐批检验。

5.2 工业氯酸钾每批产品不超过 100 t。

5.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数,采样时将包装打开,用铜制采样器自包装内袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将所采样品混匀后,以四分法缩分到不少于 500 g,将样品分装于两个清洁、干燥、带磨口塞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、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验,另一份保存备查,保存时间由生产厂根据实际需要确定。

5.4 工业氯酸钾应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

5.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业氯酸钾进行验收,验收应在货到之日算起的 15 天内进行。

5.6 检验结果如有一项指标不符合本标准要求,应重新自两倍量的采样单元数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,则整批产品为不合格品。

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

6 标志、标签

6.1 工业氯酸钾包装容器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、本标准编号、GB 190—1990 规定的“氧化剂”标志、GB/T 191—2000 规定的“怕

晒”标志和“怕雨”标志以及符合 GB 15258 的安全标签。

6.2 每批出厂的工业氯酸钾都应附有质量证明书,内容包括:生产单位名称、地址、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质量证明和本标准编号。

7 包装、运输、贮存

7.1 工业氯酸钾产品包装采用双层包装。

外包装应采用符合《铁路危险货物运输管理规则》、《汽车危险货物运输规则》及《水路危险货物运输规则》规定的外包装材料。内包装采用聚乙烯塑料袋。

包装时应将空气排净后,扎紧袋口,外包装封口应牢固、密封。每个包装的净含量不应超过 50 kg,也可根据用户要求确定每个包装的净含量,但应符合《危险货物运输包装通用技术条件》的规定。

7.2 工业氯酸钾在运输过程中应有遮盖物,搬运时要小心轻放,严禁撞击,不能与酸、硫化物、有机物、易氧化物混运。

7.3 工业氯酸钾应贮存于阴凉干燥的库房内,防止受热、受潮或阳光曝晒。不能与酸、硫化物、有机物、易氧化物混贮。

8 安全要求

8.1 工业氯酸钾热稳定性差,是一种氧化剂,当与有机物、硫化物、易氧化物磨擦时,会发生激烈爆炸。

8.2 工业氯酸钾有毒,能将血红蛋白变成变性血红蛋白,引起红血球大量减少。吸入大量粉尘或误食会发生急性中毒。

8.3 凡接触工业氯酸钾的工作人员,必须遵守下列规则:

工作前必须穿着符合标准规范的工作服,必须使用个人专用的防护用品,如过滤式防毒面具、保护手套及眼镜。发生中毒时,在医生未到前,饮用食用苏打热溶液,保持身体温暖。落到皮肤上,用水洗净。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与美国军用标准技术性差异及其原因

表 A.1 给出了本标准与美国军用标准 MIL-P-150D:1982(1989 年确认)《工业氯酸钾》技术性差异及其原因的一览表。

表 A.1 本标准与美国军用标准《工业氯酸钾》技术性差异及其原因

本标准的章条编号	技术性差异	原因
1	标准的适用范围有所不同	本标准主要适用于工业产品
3.2	标准的要求中分为优等品、一等品和合格品三个等级,对各项指标进行了相应的调整	根据我国生产及使用情况对产品进行分等分级
3.2	取消了水溶液 pH、钠盐和碳酸镁含量	生产厂目前在生产过程对 pH 进行严格控制,产品水溶液的 pH 值基本稳定,产品中的钠盐及碳酸镁含量很低,用户对此也没有要求
3.2	标准要求中的部分指标进行了适当的调整	由于我国产品的适用范围与美国军标不相同,因此对产品的要求也有一定差异
3.2	对产品的粒度要求改为筛余物含量,并对指标进行了调整	
4.5	测定方法中增加了氯酸根离子的检验	准确判断是否洗涤充分
4.6	氯化物含量的测定中采用了汞量法	汞量法是测定氯化物含量的通用方法,准确、可靠、滴定终点易于观察
4.10.3	通入硫化氢气体改为滴加 5 滴硫化钠溶液	减少硫化氢气体的危害
4.12	筛余物含量的测定采用羊毛刷轻刷样品	产品易吸潮团聚,振筛法不易使样品分散

附录 B
(资料性附录)

本标准与美国军用标准《工业氯酸钾》结构性差异

表 B.1 给出了本标准与美国军用标准 MIL-P-150D:1982(1989 年确认)《工业氯酸钾》结构性差异的一览表。

表 B.1 本标准与美国军用标准《工业氯酸钾》结构性差异

本 标 准		美国军用标准 MIL-P-150D:1982(1989 年确认)	
章节	内 容	章节	内 容
前言	前言	—	—
1	范围	1	适用范围
2	规范性引用标准	2	技术要求
3	要求	3	质量一致性检验
3.1	外观	3.1	批量
3.2	表 1 要求	3.2	采样
—	—	3.3	检验手续
4	试验方法	3.4	检验
4.1	安全提示	—	—
4.2	一般规定	—	—
5	检验规则	—	—
6	标志、标签	—	—
7	包装、运输、贮存	4	包装
—	—	5	附注
8	安全要求	—	—