

HG

中华人民共和国化工行业标准

XX/T XXXXX—XXXX

代替 XX/T

水处理剂用单过硫酸氢钾复合盐

Potassium peroxomonosulfate for water treatment chemicals

(点击此处添加与国际标准一致性程度的标识)

(征求意见稿)

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 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。

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水处理剂分技术委员会（SAC/TC 63/SC 5）归口。

本文件起草单位：中海油天津化工研究设计院有限公司等。

本文件主要起草人：。

水处理剂用单过硫酸氢钾复合盐

警告:水处理剂用单过硫酸氢钾复合盐属于氧化性物质和GB 6944-2012规定的第8类腐蚀性物质。操作人员进行作业时,应佩戴防护用具,避免与皮肤直接接触。如不慎接触,应立即用大量水冲洗,严重时立即就医。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

本文件规定了水处理剂用单过硫酸氢钾复合盐的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本文件适用于水处理剂用单过硫酸氢钾复合盐。

注:该产品主要用于工业用水、废水和污水的杀菌和消毒。

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 危险货物包装标志

GB/T 191-2008 包装储运图示标志

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 610-2008 化学试剂 砷测定通用方法

GB/T 6678-2008 化工产品采样总则

GB/T 6680 液体化工产品采样通则

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9735 化学试剂 重金属测定通用方法

GB/T 9738 化学试剂 水不溶物测定通用方法

GB/T 22592 水处理剂 pH值测定方法通则

GB/T 23771 无机化工产品中堆积密度的测定

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

分子式: $2\text{KHSO}_5 \cdot \text{KHSO}_4 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4$

相对分子质量: 614.7 (按2018年国际相对原子质量)

5 要求

5.1 外观:白色粉状固体。

5.2 水处理剂用单过硫酸氢钾复合盐应符合表1要求。

表1

项目	指标
活性氧的质量分数, % \geq	4.5
有效成分(KHSO_5)的质量分数, % \geq	42.8
水分, % \leq	0.15
pH值(10g/L水溶液, 25℃)	2.2~2.4
水不溶物, % \leq	0.05
堆积密度, g/mL	1.00~1.30
筛余物(75 μm 试验筛), % \geq	90.0
氯化物和氯酸盐(以Cl计)的质量分数, % \leq	0.002
重金属(以Pb计)的质量分数, % \leq	0.001
砷(As)的质量分数, % \leq	0.0001

6 试验方法

警告: 本试验方法中使用的强酸、强碱具有腐蚀性, 使用时避免吸入或接触皮肤。溅到身上应立即用大量水冲洗, 严重者应立即就医。

6.1 通则

本文件所用的试剂和水, 在没有注明其他要求时, 均指分析纯试剂和GB/T 6682-2008中规定的三级水。试验中所需标准滴定溶液、标准溶液和试剂, 在没有注明其他规定时, 均按GB/T 601、GB/T 602 及GB/T 603的规定制备。

6.2 外观

在自然光下, 于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.3 活性氧及有效成分(KHSO_5)含量的测定

6.3.1 方法提要

将试样溶解在水中, 加入过量碘化钾, 在酸性介质中用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 碘化钾。

6.3.2.2 硫酸溶液: 10% (V/V)。

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

6.3.2.4 淀粉指示液: 10g/L。

6.3.3 分析步骤

称取约0.4g试样, 精确至0.2mg, 置于250mL干燥的碘量瓶中, 加入75mL水溶解试样, 再加入15mL硫酸溶液、2.5g碘化钾, 摇匀, 盖上瓶盖, 水封。在室温不高于25℃条件下于暗处放置20min。用少量水冲洗碘量瓶瓶塞和内壁, 用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈淡黄色, 加入约2mL淀粉指示液, 溶液呈深蓝色, 继续滴定至无色, 保持30s不变色即为滴定终点。

同时进行空白试验。

6.3.4 结果计算

6.3.4.1 活性氧含量以质量分数 w_1 计，按式（1）计算：

$$w_1 = \frac{(V - V_0) \times cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

V ——试样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 ——空白溶液消耗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 ——氧（ $\frac{1}{2}O$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=7.998$ ）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）；

6.3.4.2 有效成分（ $KHSO_5$ ）含量以质量分数 w_2 计，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{w_1}{0.1053} \dots \dots \dots (2)$$

式中：

0.1053——氧换算成单过硫酸氢钾的系数。

6.3.5 允许差

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：活性氧不大于0.1%，有效成分（ $KHSO_5$ ）不大于1%。

6.4 水分的测定

6.4.1 方法提要

试样在 $60^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 的真空干燥箱中放置2h后取出，置于干燥器中恒量后称重。

6.4.2 仪器设备

6.4.2.1 真空干燥箱：温度能控制在 $60^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 。

6.4.2.2 称量瓶： d 50mm×30mm。

6.4.3 分析步骤

使用预先于 $60^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下真空干燥至恒量的称量瓶称取约10g试样，精确至0.2mg，置于真空干燥箱中，从室温开始加热，于 $60^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥2h，取出放入干燥器中至恒量，称重。

6.4.4 结果计算

水分以质量分数 w_3 计，按式（3）计算：

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

式中：

m_1 ——干燥前试样与称量瓶质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——干燥后试样与称量瓶质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

6.4.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于0.02%。

6.5 pH 值的测定

按GB/T 22592的规定执行。

6.6 水不溶物含量的测定

6.6.1 方法提要

试样用水溶解后，经过滤、洗涤，烘干至恒量，计算出水不溶物的含量。

6.6.2 仪器设备

6.6.2.1 坩埚式过滤器：滤板孔径为 5μm~15μm。

6.6.2.2 电热干燥箱：温度可保持在 105℃±2℃。

6.6.3 分析步骤

称取约20g试样，精确至0.01g，置于400mL烧杯中，加入200mL水加热使之溶解。用已于105℃±2℃恒量的坩埚式过滤器过滤，用热水洗涤至洗液无钾离子反应。将过滤器连同滤渣在105℃±2℃下干燥至恒量。

6.6.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_4 计，按式（4）计算：

$$w_4 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_2 ——干燥后坩埚式过滤器和滤渣的质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——坩埚式过滤器的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

计算结果表示到小数点后两位。

6.6.5 允许差

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0.02%。

6.7 堆积密度的测定

按GB/T 23771的规定执行。

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0.02g/mL。

6.8 筛余物的测定

6.8.1 仪器设备

6.8.1.1 试验筛： $\Phi 200 \times 50-0.075/0.05$ ，GB/T 6003.1-2012，配有筛底和筛盖。

6.8.1.2 振筛机：振幅 2mm，频率 120 次/min。

6.8.2 分析步骤

称取约100g试样，精确至0.01g。置于试验筛上，盖好筛盖，用手筛动或置于振筛机上筛动5min，静置3min后，称量试验筛筛上物的质量，精确至0.01g。

6.8.3 结果计算

筛余物以质量分数 w_5 计，按式（5）计算：

$$w_5 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad (5)$$

式中：

m_1 ——试验筛筛上物的质量的数值，单位为克（g）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

6.8.4 允许差

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%。

6.9 氯化物和氯酸盐（以 Cl 计）含量的测定

6.9.1 方法提要

将试样碳化后置于700℃马弗炉中灼烧，冷却至室温后用水溶解。在酸性条件下，溶液中的氯化物与硝酸银溶液反应生成氯化银沉淀，使溶液混浊。与标准比浊溶液进行目视比浊。

6.9.2 试剂或材料

6.9.2.1 无水碳酸钠。

6.9.2.2 硝酸溶液：1+3。

6.9.2.3 硝酸银溶液：17g/L。

6.9.2.4 氯化物标准贮备溶液(Cl)：0.1mg/mL。

6.9.2.5 氯化物标准溶液：10μg/mL。移取 10.00 mL 氯化物标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液现用现配。

6.9.3 仪器设备

6.9.3.1 马弗炉：温度可控制在 700℃±50℃。

6.9.3.2 铂坩埚。

6.9.4 分析步骤

6.9.4.1 试样溶液的制备

使用干燥的铂坩埚称取约1g试样，精确至0.2mg，加入1g无水碳酸钠和5mL水，混匀，在水浴上缓缓加热分解，直至蒸干。于700℃马弗炉中灼烧10min。取出后冷却，残渣微热溶于10mL水中，转移至50 mL 比色管中，加2mL硝酸溶液酸化，加入2mL硝酸银溶液，用水稀释至25mL刻度（必要时干过滤），于暗处放置10min。

6.9.4.2 标准比浊溶液的制备

用移液管量取氯化物(Cl)标准溶液5.0mL于50mL比色管中，加入1g无水碳酸钠和10mL水溶解，加2mL硝酸溶液酸化，加入2mL硝酸银溶液，用水稀释至25mL刻度。

6.9.4.3 测定

目视比浊。试样溶液的浊度不得大于标准比浊溶液。

6.10 重金属（以 Pb 计）含量的测定

6.10.1 方法提要

重金属离子与负二价硫离子在乙酸介质中生成有色硫化物沉淀。在弱酸性条件下，试样中的重金属离子与硫化氢作用，形成棕黑色悬浮液，与同法处理的铅标准比色溶液比较，做限量试验。

6.10.2 试剂或材料

- 6.10.2.1 硫酸。
- 6.10.2.2 盐酸溶液：1+3。
- 6.10.2.3 乙酸溶液：30%。
- 6.10.2.4 氨水溶液：2+3。
- 6.10.2.5 饱和硫化氢水溶液：将硫化氢气体通入不含二氧化碳的水中，至饱和为止，该溶液现用现配。
- 6.10.2.6 铅标准贮备溶液：0.1mg/mL。
- 6.10.2.7 铅标准溶液：移取 10.00mL 铅标准贮备溶液于 100mL 容量瓶中，加入 2mL 硝酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液 1mL 含 0.01mgPb。
- 6.10.2.8 酚酞指示液：10g/L。

6.10.3 分析步骤

6.10.3.1 试样溶液的制备

称取约5g试样，精确至0.2mg，置于250mL烧杯中，加25mL水及0.5mL硫酸，盖上表面皿缓缓煮沸至样品分解完全（约1min），冷至室温，转移至25mL容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，此为试液A。移取10mL试液A于25mL容量瓶中，加1滴酚酞指示液，用氨水溶液和盐酸溶液调节pH值为中性（酚酞红色刚褪去），加水稀释至刻度，摇匀，此为试液B。

6.10.3.2 测定

- 6.10.3.2.1 移取 15mL 试液 B 于 50 mL 比色管中，加入 0.2 mL 乙酸溶液，稀释至 25 mL，加入 10 mL 饱和硫化氢水溶液，摇匀，放置 10min。
- 6.10.3.2.2 标准比色溶液的制备：移取 5mL 试液 B 于 50 mL 比色管中，加入 2mL 铅标准溶液，加水稀释至约 15 mL，加入 0.2 mL 乙酸溶液，稀释至 25 mL，加入 10 mL 饱和硫化氢水溶液，摇匀，放置 10min。
- 6.10.3.2.3 目视比色，试样溶液所呈暗色不得深于标准比色溶液。

6.11 砷含量的测定

6.11.1 方法原理

试样经加酸处理后，加入硫脲使五价砷预还原为三价砷，再加入硼氢化钠或硼氢化钾使还原生成砷化氢，由氩气载入石英原子化器中分解为原子态砷，在砷空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光，其荧光强度在固定条件下与被测溶液中的砷浓度成正比，与标准系列比较定量。

6.11.2 试剂或材料

- 6.11.2.1 水：GB/T 6682，二级水。
- 6.11.2.2 盐酸：优级纯。
- 6.11.2.3 硝酸：优级纯。
- 6.11.2.4 硫脲溶液：100g/L。
- 6.11.2.5 盐酸溶液：1+49。
- 6.11.2.6 硝酸溶液：1+1。
- 6.11.2.7 硼氢化钾—氢氧化钠溶液：称取 2.0g 氢氧化钠和 10.0g 硼氢化钾于聚乙烯烧杯中，用水溶解并稀释至 1000mL，贮存于聚乙烯瓶中。
- 6.11.2.8 砷标准储备液：0.1mg/mL。
- 6.11.2.9 砷标准溶液：移取 10.00mL 砷标准储备液于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。临用时移取此溶液 10.00mL 置于 100mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1.00mL 含 1μgAs。

6.11.3 仪器设备

- 6.11.3.1 原子荧光光谱仪：配有砷空心阴极灯。
- 6.11.3.2 玻璃仪器：均需用硝酸溶液浸泡 24h 以上，用水冲洗后备用。

6.11.4 校准曲线的绘制

6.11.4.1 分别取 0（空白）、2.00mL、4.00mL、6.00mL、8.00mL、10.00mL 砷标准溶液于六个 100mL 容量瓶中，分别加入 10mL 盐酸，20mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。此系列溶液中砷的质量浓度分别为 0、20.0 μg/L、40.0 μg/L、60.0 μg/L、80 μg/L、100.0 μg/L。

6.11.4.2 以硼氢化钾-氢氧化钠溶液为还原剂，盐酸溶液为载流溶液，在仪器的最佳工作条件下，测其荧光值。以测得的荧光值为纵坐标，相对应的砷的质量浓度（μg/L）为横坐标绘制校准曲线并计算回归方程。

注：使用原子荧光光谱仪测定时，所需的硼氢化钾溶液浓度、载流溶液浓度、待测样品溶液和硼氢化钾溶液间的酸碱度以及各种元素校准曲线线性范围、样品溶液的酸度会因仪器的型号不同而有差异，使用者可根据仪器型号选择最佳测试条件。

6.11.5 分析步骤

称取约 2.5g 液体试样或 1g 固体试样，精确至 0.2mg，置于 100mL 烧杯中，加 30mL 水、1mL 硝酸溶液，盖上表面皿煮沸约 1min，冷至室温后转移至 100mL 容量瓶中，分别加入 10mL 盐酸，20mL 硫脲溶液，用水稀释至刻度，摇匀。按 5.10.1.4.2 的步骤进行测定，由校准曲线或回归方程得出砷的质量浓度。

6.11.6 结果计算

砷含量以质量分数 w_7 计，数值以%表示，按式(7)计算：

$$w_7 = \frac{\rho V \times 10^{-9}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

ρ —根据测定的试验溶液的荧光值，由校准曲线或回归方程得出的砷的质量浓度的数值，单位为微克每升（μg/L）；

V —测定时试样溶液总体积的数值，单位为毫升（mL）；

m —试料的质量的数值，单位为克（g）。

6.11.7 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于0.00005%。

7 检验规则

7.1 本文件规定的全部指标项目为型式检验项目，在正常生产情况下每 6 个月至少进行一次型式检验，其中外观、活性氧、有效成分、水分、pH 值、水不溶物、堆积密度、粒度、氯化物和氯酸盐指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

7.2 以同原料、同配方所生产的产品为一批次，每批产品应不超过 20t。

7.3 按 GB/T 6678 的第 6.6 条规定确定采样单元数。将采样器自包装的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采取样品。将采出的样品混匀用四分法缩分。分装于两个洁净、干燥的棕色瓶中，密封。在密封的样品瓶上贴上标签，注明：生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用，另一瓶保存三个月备查。

7.4 采用 GB/T 8170-2008 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合要求。

7.5 检验结果中如有一项指标不符合本文件要求时，应重新自两倍量的包装单元中采样核验。核验结果仍有一项不符合本文件要求时，整批产品为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存

- 8.1 单过硫酸氢钾复合盐产品的包装上应涂刷牢固的标志，内容包括：生产厂名、产品名称、商标、批号或生产日期、净质量、厂址、主要成分、本文件编号、GB 190 规定的“氧化剂”和“腐蚀性物质”以及 GB/T 191-2008 规定的“怕雨”标志。
- 8.2 每批出厂的单过硫酸氢钾复合盐产品应附有质量检验报告和质量合格证。
- 8.3 产品采用单层聚乙烯塑料内袋，外包装形式为纸板桶、塑料桶、纸塑复合袋或 PE 袋，每袋净质量 25kg、50kg 或依顾客要求而定。
- 8.4 运输时应严防雨淋、曝晒和受潮，严禁与酸类、易燃物、有机物、还原剂、自燃物品、遇湿易燃物品等混装、混运。
- 8.5 产品应贮存在阴凉、通风干燥的库房内，禁止与酸、碱、易燃物、有机物、还原性物质混贮，产品保质期为二年。
-