

中华人民共和国国家标准

工业无水硫酸钠

GB 6009—92

Anhydrous sodium sulphate
for industrial use

代替 GB 6009 - 85

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业无水硫酸钠的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业无水硫酸钠。该产品主要用作合成洗涤剂、维尼纶、染料、玻璃、造纸及无机盐工业的原料。

分子式： Na_2SO_4

相对分子质量：142.04(按 1987 年国际相对原子质量)

2 引用标准

- GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备
- GB 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB 3049 化工产品中铁含量测定的通用方法邻菲罗啉分光光度法
- GB 3051 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 汞量法
- GB 5950 建筑材料与非金属矿产品白度试验方法通则
- GB 6678 化工产品采样总则
- GB 6682 实验室用水规格

3 产品分类

工业无水硫酸钠按用途分以下三类：

- Ⅰ类：主要用于合成洗衣粉、维尼纶；
- Ⅱ类：主要用于染料、玻璃、造纸等工业；
- Ⅲ类：用作无机盐工业原料。

4 技术要求

- 4.1 外观：Ⅰ类产品及Ⅱ类一等品为不结块的白色结晶颗粒，无机械杂质。
- 4.2 工业无水硫酸钠应符合表 1 要求。

表 1

指标项目	指 标				
	I 类		II 类		III 类
	优等品	一等品	一等品	合格品	
硫酸钠(Na_2SO_4)含量, % \geq	99.3	99.0	98.0	95.0	90.0
水不溶物含量, % \leq	0.05	0.05	0.10	1.0	2.0
钙镁(以 Mg 计)总含量, % \leq	0.10	0.15	0.30	0.40	0.50
氯化物(以 Cl 计)含量, % \leq	0.12	0.35	0.70	1.0	1.5
铁(Fe)含量, % \leq	0.002	0.002	0.010	0.040	...
水分, % \leq	0.10	0.20	0.50	2.0	5.0
白度, % \geq	80	80	--		

注:① 副产无水硫酸钠还应不含有干扰试验和影响使用的杂质。

② 用户对产品有特殊要求时,可与生产厂另订协议。

5 试验方法

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 GB6682 中规定的三级水。

试验中所需标准溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB601、GB602、GB603 之规定制备。

5.1 硫酸钠含量的测定

5.1.1 重量法(仲裁方法)

5.1.1.1 方法提要

用水溶解试样并过滤不溶物,加入氯化钡,沉淀滤液中的硫酸根离子。称量生成的硫酸钡。

5.1.1.2 试剂和材料

5.1.1.2.1 盐酸(GB 622):1+1 溶液。

5.1.1.2.2 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)(GB 652):122g/L 溶液。

5.1.1.2.3 硝酸银(GB 670):20g/L 溶液。

5.1.1.3 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加 100 mL 水,加热溶解。过滤到 500 mL 容量瓶中,用水洗涤至无硫酸根离子为止(用氯化钡溶液检验)。冷却,用水稀释至刻度,摇匀。

用移液管移取 25 mL 试验溶液置于 500 mL 烧杯中,加入 5 mL 盐酸溶液,270 mL 水,加热至微沸。在搅拌下滴加 10 mL 氯化钡溶液,时间约需 1.5 min。继续搅拌并微沸 2~3 min,然后盖上表面皿,保持微沸 5 min。再把烧杯放到沸水浴上保持 2 h。

将烧杯冷却至室温,用慢速定量滤纸过滤。用温水洗涤沉淀至无氯离子为止(取 5 mL 洗涤液,加 5 mL 硝酸银溶液混匀,放置 5 min 不出现混浊)。

将沉淀连同滤纸转移至已于 800 ± 20 °C 下恒重的瓷坩埚中,在 110 °C 烘干。然后灰化,在 800 ± 20 °C 灼烧至恒重。

5.1.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸钠(Na_2SO_4)含量(x_1)按式(1)计算:

$$x_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.6086}{m \times \frac{25}{500}} \times 100 - 5.844x_3$$

$$= \frac{1217.2(m_1 - m_2)}{m} - 5.844x_3 \quad \dots\dots\dots(1)$$

- 式中： m_1 ——硫酸钡及瓷坩埚的质量，g；
 m_2 ——瓷坩埚的质量，g；
 m ——试料质量，g；
 0.6086——硫酸钡换算为硫酸钠的系数；
 x_3 ——按5.3条测得的钙镁(以Mg计)总含量，%；
 5.844——镁换算为硫酸钠的系数。

所得结果应表示至一位小数。

5.1.1.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于0.3%，取其算术平均值为测定结果。

5.1.2 计算法

5.1.2.1 方法提要

从100中减去水不溶物、硫酸钙、硫酸镁、氯化钠、硫酸铁、水分以及碳酸钠或硫酸等的百分含量，即得硫酸钠的百分含量。

5.1.2.2 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸钠(Na_2SO_4)含量(x_1)按式(2)计算：

$$x_1 = 100 - (x_2 + 4.951x_3 + 1.648x_4 + 3.580x_5 + x_6 + x_7) \quad \dots\dots\dots(2)$$

- 式中： x_2 ——按5.2条测得的水不溶物含量，%；
 x_3 ——按5.3条测得的钙镁(以Mg计)总含量，%；
 x_4 ——按5.4条测得的氯化物(以Cl计)含量，%；
 x_5 ——按5.5条测得的铁(Fe)含量，%；
 x_6 ——按5.6条测得的水分，%；
 x_7 ——按5.8条测得的以 H_2SO_4 表示的酸度或以 Na_2CO_3 表示的碱度，%；

- 4.951——Mg换算为 MgSO_4 的系数；
 1.648——Cl换算为NaCl的系数；
 3.580——Fe换算为 $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ 的系数。

所得结果应表示至一位小数。

5.2 水不溶物含量的测定

5.2.1 试剂和材料

5.2.1.1 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)(GB 652):100 g/L 溶液。

5.2.2 仪器、设备

一般实验室仪器、设备和

5.2.2.1 坩埚式过滤器：滤板孔径5~15 μm 。

5.2.3 分析步骤

称取10~20 g 试样，精确至0.01 g，置于250mL 烧杯中。加100 mL 水，加热溶解。用已于105~110℃烘干至恒重的坩埚式过滤器过滤。用水洗涤至无硫酸根离子为止(用氯化钡溶液检验)。于105~110℃烘干至恒重。

5.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量(x_2)按式(3)计算:

$$x_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_1 ——水不溶物及坩埚式过滤器的质量,g;

m_2 ——坩埚式过滤器的质量,g;

m ——试料质量,g。

所得结果,I类产品和II类一等品表示至二位小数,II类合格品和III类产品表示至一位小数。

5.2.5 允许差

两次平行测定结果之差,I类产品和II类一等品不大于0.01%,II类合格品和III类产品不大于0.1%,取其算术平均值为测定结果。

5.3 钙、镁总含量的测定

5.3.1 方法提要

以铬黑T为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定钙、镁。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 氨(GB 631)-氯化铵(GB 658)缓冲溶液甲:pH \approx 10。

5.3.2.2 三乙醇胺:1+3溶液。

5.3.2.3 硫化钠(HG 3—905):20 g/L溶液。

5.3.2.4 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)(GB 652):100 g/L溶液。

5.3.2.5 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)(GB 1401): $c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2)$ 约0.02 mol/L标准滴定溶液。

5.3.2.6 铬黑T:称取1份铬黑T,与200份于105~110℃烘干的氯化钠(GB 1266)混合均匀,密闭保存。

5.3.3 分析步骤

5.3.3.1 试验溶液的制备

称取约20 g试样,精确至0.01 g,加200 mL水,加热溶解。过滤到500 mL容量瓶中,用水洗涤至无硫酸根离子为止(用氯化钡溶液检验)。冷却后用水稀释至刻度,摇匀。

5.3.3.2 测定

用移液管移取25 mL试验溶液,置于250 mL锥形瓶中,加25 mL水、2 mL三乙醇胺溶液,如存在铜的干扰再加入1 mL硫化钠溶液。加入5 mL氨-氯化铵缓冲溶液甲和约0.1 g铬黑T指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定。溶液由紫红色变为蓝色即为终点。

5.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的钙、镁(以Mg计)总含量(x_3)按式(4)计算:

$$x_3 = \frac{V \cdot c \times 0.0243}{m \times \frac{25}{500}} \times 100 = \frac{48.6V \cdot c}{m} \dots\dots\dots(4)$$

式中: V ——滴定中消耗的乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的体积,mL;

c ——乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

m ——试料质量,g;

0.0243——与1.00 mL乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液[$c(\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}_8\text{N}_2\text{Na}_2)=1.000$ mol/L]相当的以克表示的镁的质量。

所得结果应表示至二位小数。

5.3.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.02%，取其算术平均值为测定结果。

5.4 氯化物含量的测定

5.4.1 方法提要

以二苯偶氮碳酰肼为指示剂，用硝酸汞溶液滴定氯离子。

5.4.2 试剂和材料

GB 3051 第 4 章规定的试剂和材料以及

5.4.2.1 参比溶液：在 250 mL 锥形瓶中加入 100 mL 水和 3 滴溴酚蓝指示液，滴加 1+15 硝酸溶液至由蓝变黄并过量 5 滴。加入 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液，使用微量滴定管，用 0.05 mol/L 硝酸汞标准滴定溶液滴定至紫红色，记录所用体积。此溶液在使用前制备。

5.4.3 仪器、设备

一般实验室仪器、设备和

5.4.3.1 微量滴定管：分度值为 0.01 或 0.02 mL。

5.4.4 分析步骤

用移液管移取 25 mL 试验溶液(5.3.3.1)，置于 250 mL 锥形瓶中，加水至 100 mL，加 3 滴溴酚蓝指示液。如溶液呈蓝色，则滴加 1+15 硝酸溶液至溶液变黄并过量 1 mL；如溶液呈黄色，则滴加 40 g/L 氢氧化钠溶液至溶液变蓝，再滴加 1+15 硝酸溶液至溶液变黄并过量 1 mL。

加 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液，用 0.05 mol/L 硝酸汞标准滴定溶液滴定。溶液变为与参比溶液相同的紫红色即为终点。

5.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化物(以 Cl 计)含量(x_4)按式(5)计算：

$$x_4 = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.03545}{m \times \frac{25}{500}} \times 100 = \frac{70.9(V - V_0) \cdot c}{m} \dots\dots\dots(5)$$

式中： V ——滴定中消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积，mL；

V_0 ——制备参比溶液时消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积，mL；

c ——硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

m ——试料质量，g；

0.03545——与 1.00 mL 硝酸汞标准滴定溶液 $\left\{c\left[\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2\right]=1.000\text{mol/L}\right\}$ 相当的以克表示的氯的质量。

所得结果，I 类产品和 II 类一等品应表示至二位小数，II 类合格品和 III 类产品表示至一位小数。

5.4.6 允许差

两次平行测定结果之差，I 类优等品不大于 0.02%，其他等级不大于 0.05%，取其算术平均值为测定结果。

5.5 铁含量的测定

5.5.1 方法提要

同 GB 3049 第 2 章。

5.5.2 试剂和材料

GB 3049 第 3 章规定的试剂和材料以及

5.5.2.1 盐酸(GB 622)。

5.5.2.2 氨水(GB 631):1+1 溶液。

5.5.3 仪器、设备

一般实验室仪器、设备和

5.5.3.1 分光光度计：带有厚度为 1 cm 和 3 cm 的吸收池。

5.5.4 工作曲线的绘制

按 GB 3049 第 5.3 条的规定,使用 1 cm 和 3 cm 的吸收池及相应的铁标准溶液,分别绘制工作曲线。

5.5.5 分析步骤

5.5.5.1 试验溶液的制备

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中。加 50 mL 水、25 mL 盐酸(5.5.2.1),加热至沸。试样完全溶解后继续煮沸 5 min。冷却,全部转移到 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。干过滤,备用。

5.5.5.2 空白试验溶液的制备

在 250 mL 烧杯中加 50 mL 水、25 mL 盐酸(5.5.2.1),加热煮沸 5 min。冷却后转移至 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

5.5.5.3 测定

用移液管移取表 2 规定量的试验溶液以及相同量的空白试验溶液,分别置于 100 mL 容量瓶中,加入相应量的氨水(5.5.2.2),加 2.5 mL 抗坏血酸溶液、10 mL 缓冲溶液、5 mL 邻菲罗啉溶液,用水稀释至刻度,摇匀。

使用相应厚度的吸收池,按 GB 3049 第 5.4.2 条的规定测量吸光度。

表 2

试料等级	I 类		II 类	
	优等品	一等品	一等品	合格品
移取试验溶液体积, mL	50	50	50	20
加入氨水(5.5.2.2)体积, mL	4	4	4	0
吸收池厚度, cm	3	3	3	1

5.5.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量(x_s)按式(6)计算:

$$x_s = \frac{m_1 - m_0}{m \times \frac{V}{500} \times 1000} \times 100 = \frac{50(m_1 - m_0)}{m \cdot V} \dots\dots\dots(6)$$

式中: m_1 ——根据测得的试验溶液吸光度从工作曲线上查出的铁量, mg;

m_0 ——根据测得的空白试验溶液吸光度从工作曲线上查出的铁量, mg;

m ——试料质量, g;

V ——移取试验溶液的体积, mL。

所得结果应表示至三位小数。

5.5.7 允许差

两次平行测定结果之差, I 类产品不大于 0.0003%, II 类产品不大于 0.001%, 取其算术平均值为测定结果。

5.6 水分的测定

5.6.1 仪器、设备

一般实验室仪器、设备和

5.6.1.1 称量瓶: $\phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

5.6.2 分析步骤

用已于 105~110℃ 烘干至恒重的称量瓶称取 5~20 g 试样,精确至 0.000 2g。于 105~110℃ 下烘干至恒重。

5.6.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分(x_6)按式(7)计算:

$$x_6 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中: m_1 ——干燥后试料质量,g;

m ——试料质量,g。

所得结果,I类产品和II类一等品表示至二位小数,II类合格品和III类产品表示至一位小数。

5.6.4 允许差

两次平行测定结果之差,I类产品和II类一等品不大于0.01%,II类合格品和III类产品不大于0.1%。

5.7 白度的测定

5.7.1 仪器、设备

5.7.1.1 白度仪:符合GB 5950第3章的规定。

5.7.1.2 标准白板:符合GB 5950第4章规定的氧化镁标准白板。

5.7.1.3 工作白板:符合GB 5950第5章的规定。

5.7.2 分析步骤

按GB 5950第6章的规定进行。

5.7.3 分析结果的表述

按GB 5950第7章的规定进行。

5.7.4 允许差

两次平行测定结果之差不大于1%,取其算术平均值为测定结果。

5.8 酸度或碱度的测定

5.8.1 方法提要

将试料溶于水。以甲基红为指示剂,加入已知量的过量硫酸标准滴定溶液,煮沸赶掉二氧化碳,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

5.8.2 试剂和材料

5.8.2.1 硫酸(GB 625): $c(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4)$ 约0.1 mol/L标准滴定溶液。

5.8.2.2 氢氧化钠(GB 629): $c(\text{NaOH})$ 约0.1 mol/L标准滴定溶液。

5.8.2.3 甲基红(HG3—958):1 g/L乙醇溶液。

5.8.3 分析步骤

称取约10 g试样,精确至0.01 g,置于500 mL锥形瓶中。加100 mL水溶解,加入5滴甲基红指示液。如果溶液呈红色,则用滴定管加入约10 mL硫酸标准滴定溶液;如果溶液呈黄色,则用硫酸标准滴定溶液滴定至溶液呈红色,再加入约10 mL硫酸标准滴定溶液。

煮沸5 min。将溶液冷却至约60℃,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至溶液呈黄色即为终点。

测定后进行空白试验。空白试验中所加硫酸标准滴定溶液体积应与测定时完全相同。

5.8.4 分析结果的表述

若 V_1 大于 V_2 ,则计算以 H_2SO_4 表示的酸度;若 V_2 大于 V_1 ,则计算以 Na_2CO_3 表示的碱度。

以质量百分数表示的酸度(以 H_2SO_4 计)(x_7)按式(8)计算:

$$x_7 = \frac{c \cdot (V_1 - V_2) \times 0.049}{m} \times 100 = \frac{4.9c \cdot (V_1 - V_2)}{m} \dots\dots\dots (8)$$

式中： c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_1 ——测定中消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 ——空白试验中消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

m ——试料质量，g；

0.049——与1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的硫酸的质量；

0.053——与1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的碳酸钠的质量。

以质量百分数表示的碱度(以 Na_2CO_3 计)(x_7)按式(9)计算：

$$x_7 = \frac{c \cdot (V_2 - V_1) \times 0.053}{m} \times 100 = \frac{5.3c \cdot (V_2 - V_1)}{m} \dots\dots\dots (9)$$

式中： c ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V_1 ——测定中消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 ——空白试验中消耗的氢氧化钠标准滴定溶液的体积，mL；

m ——试料质量，g；

0.049——与1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的硫酸的质量；

0.053——与1.00 mL 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的碳酸钠的质量。

所得结果应表示至二位小数。

5.8.5 允许差

两次平行测定结果之差不大于 0.02 %，取其算术平均值为测定结果。

6 检验规则

6.1 工业无水硫酸钠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工业无水硫酸钠都符合本标准的要求。每批出厂的工业无水硫酸钠都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名称、产品名称、类别、等级、批号、净重、生产日期、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

6.2 使用单位有权按照本标准的规定对收到的工业无水硫酸钠进行验收。验收应在货到之日算起的一个月内进行。

6.3 每批产品不超过 150 t。

6.4 按 GB6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的中心垂直插入至料层深度的四分之三处采样。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、清洁的广口瓶中，密封，瓶上粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、类别、等级、批号和采样日期、采样者姓名。一瓶用于检验，另一瓶保存三个月备查。

6.5 检验结果中如有一项指标不符合本标准的要求时，应重新自两倍量的包装袋中取样核验，核验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时，整批产品不能验收。

6.6 当供需双方对产品质量发生异议时，按《全国产品质量仲裁检验暂行办法》的规定办理。

7 标志、包装、运输和贮存

- 7.1 包装袋上要有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名称、产品名称、商标、类别、等级、净重和本标准编号。
- 7.2 工业无水硫酸钠用塑料编织袋包装(I类产品和Ⅱ类一等品内衬塑料袋),每袋净重50 kg。
- 7.3 本产品在运输、贮存过程中应防潮、防雨。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部提出,由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院和山西运城盐化局负责起草。

本标准主要起草人黄家栩、郝宝玉、雷竹兰、王琪。

本标准于1985年5月24日首次发布。

本标准参照采用苏联标准ГОСТ6318—77(83年修改单)《工业无水硫酸钠》。