

团 体 标 准
T/CCASC XXXX-XXXX

次氯酸钠过碱量及有效氯测定方法

近红外光谱法

Method for determination of free alkali and available chlorine in sodium hypochlorite
solution—Near infrared spectroscopy

(征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中国氯碱工业协会

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。

本文件由中国氯碱工业协会标准化工作委员会提出并归口。

本文件主要起草单位：XX。

本文件参与起草单位：XX。

本文件主要起草人：XX。

本文件由中国氯碱工业协会负责管理和解释。执行过程中如有意见或建议，请寄送中国氯碱工业协会（地址：天津市南开区白堤路 186 号天津电子科技中心 1105 室；邮编：300192；电话：022-27428255）。

次氯酸钠过碱量及有效氯测定方法 近红外光谱法

1 范围

本规定了采用近红外光谱仪测定次氯酸钠溶液中过碱量及有效氯的方法。

本适用于生产现场、质检中心快速测定。不适用于仲裁检验。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用必不可少。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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/T 3358.1 统计学词汇及符号 第1部分：一般统计术语与用于概率的术语

GB/T 3836 爆炸性环境

GB/T 8322 分子吸收光谱法 术语

GB/T 19106 次氯酸钠

GB/T 29858 分子光谱多元校正定量分析通则

GB/T 34065 分析仪器的安全要求

3 术语和定义

GB/T 3358.1、GB/T 8322、GB/T 29858 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

近红外光谱属于分子振动吸收光谱，游离碱和有效氯对水中 O-H 影响。采用透射方式获取次氯酸钠溶液近红外光谱，用化学计量学方法建立过碱量、有效氯的校正模型，通过模型测定过碱量、有效氯含量。

5 仪器设备

近红外光谱仪应具有分光能力的光学系统，能进行透射光谱的采集，波长范围为 900 nm~2500 nm 内任意连续谱，波长通道数 ≥ 100 个，光学分辨率 ≤ 16 nm，波长准确性 ≤ 1 nm。

配置与匹配的光谱采集软件和化学计量学软件，具备近红外光谱的采集、存储、计算和结果输出等功能。仪器应符合 GB/T 34065 规定。在爆炸危险环境中使用的应符合 GB/T 3836 的规定。

6 步骤

6.1 样品要求

过碱量、有效氯校正模型的样品应具有代表性，校正样品应包含生产过程中可能存在的所有化学成分，且涵盖可能遇到的浓度范围，校正样品的化学成分浓度是均匀分布的。校正样品数量不少于 100 个。

6.2 光谱数据采集

6.2.1 仪器环境

环境温度-20℃~50℃，相对湿度≤90%。将仪器预热 60 min，仪器自检，仪器正常即可进行光谱采集。

6.2.2 校正样品光谱采集

选择流通池、比色皿或等效采样装置材质钛合金、低羟基石英玻璃或等效耐腐蚀材料，样品光程1 mm~5 mm。样品采集前扫描1次背景，扣除空气背景光谱以降低环境因素对光谱数据的影响，每个样品采集3次及以上光谱图，取其平均光谱作为该样品的原始光谱数据。

6.2.3 校正样品理化分析

按照GB/T 19106中规定的方法测定。

6.3 校正模型建立

采用化学计量学软件，按照近红外光谱仪说明书要求优化参数，进行光谱预处理。同时，使用偏最小二乘法 PLS，利用化学计量学原理建立校正模型。过碱量模型参考值与预测值关系参见图 A.1，有效氯模型参考值与预测值关系参见图 A.2。

6.4 校正模型验证

使用校正模型预测验证样品（验证样品应在校正集之外，且样品特性在校正模型范围内）的过碱量及有效氯，并按 GB/T 19106 规定的方法测定验证样品的过碱量及有效氯，校正模型的预测值与国标测定值的标准差（SEV）应不大于 0.15%。

7 检测结果

7.1 预测值的准确度

在符合本标准和条件下，扣除系统偏差，样品的过碱量、有效氯含量的标准差(SEV)不大于 0.15%。

7.2 预测值的精密度

7.2.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同的仪器设备，按相同的测试方法，短时间内对同一被测样品进行测试，获得的两次测定结果的绝对差值，过碱量应不大于 0.1%

7.2.2 再现性

在不同实验室，由不同操作人员使用同一型号不同设备，按相同的测试方法，对相同的次氯酸钠样品，获得的过碱量绝对差值应不大于 0.15%。

7.3 异常样品的确认和处理

7.3.1 异常样品的确认

出现以下任一情况，可确认其为异常样品：

- 超出校正模型过碱量有效氯的含量范围；
- 预测值和测定值具有显著性差异。

7.3.2 异常样品的处理

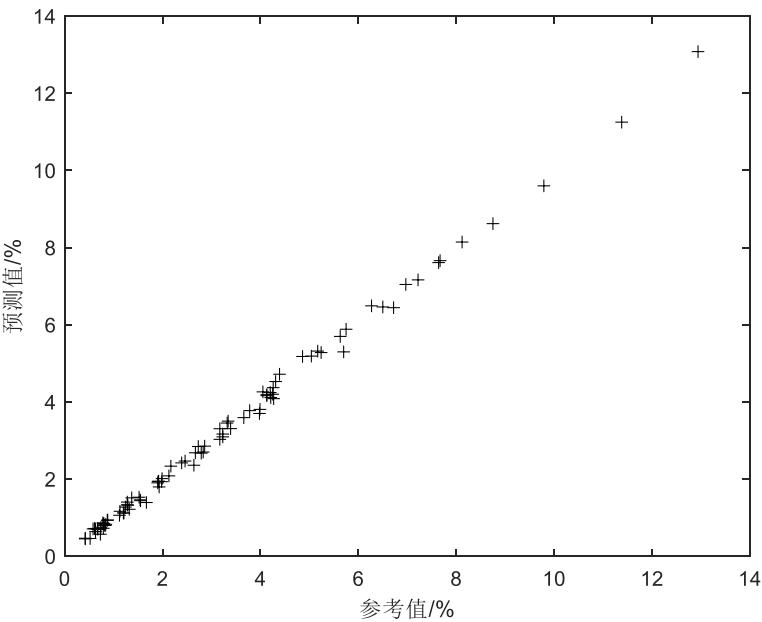
超集范围样品尝试与样品合并建模，若能融合则能在一定程度上扩大模型范围，若差异较大则剔除。

预测值和测定值具有显著性差异的样品。应对样品值、光谱数据、校正模型预测结果进行复测，判断误差来源

附 录 A
(资料性附录)

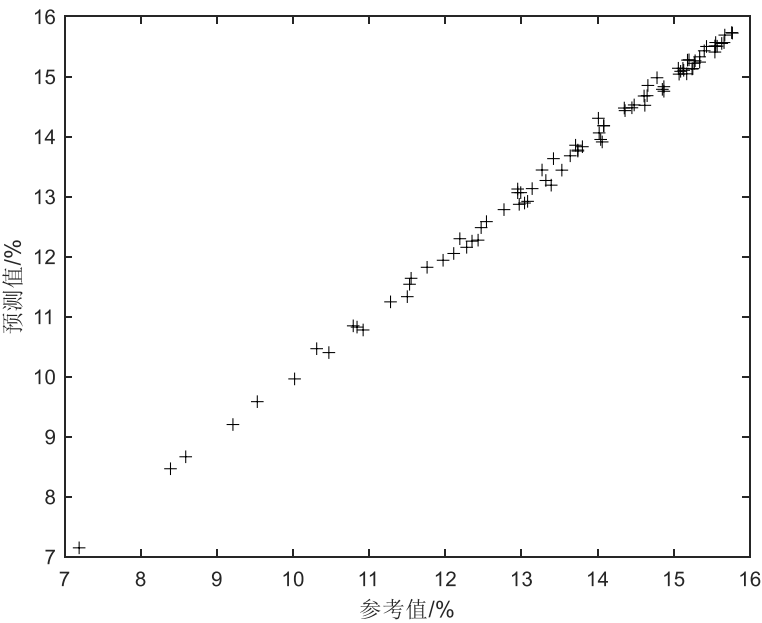
过碱量、有效氯校正模型参考值与预测值关系图

A.1 过碱量含量校正样品参考值与预测值关系图见图A.1，其中参考值是指按照GB/T 19106测定的值，预测值是指过碱量校正模型预测值。



图A.1 过碱量校正模型参考值与预测值关系图

A.2 有效氯含量校正样品参考值与预测值关系图见图A.2，其中参考值是指按照GB/T 19106测定的值，预测值是指有效氯校正模型预测值。



图A.2 有效氯校正模型参考值与预测值关系图

附录 B

(资料性附录)

生产现场推荐安装位置

B.1 近红外光谱法测定次氯酸钠溶液中过碱量、有效氯含量，适用于事故氯装置、成品次钠生产、尾气回收装置等生产工艺的在线检测。物料需要充满管路，建议在垂直管路安装采样附件。推荐安装位置见图 B.1。

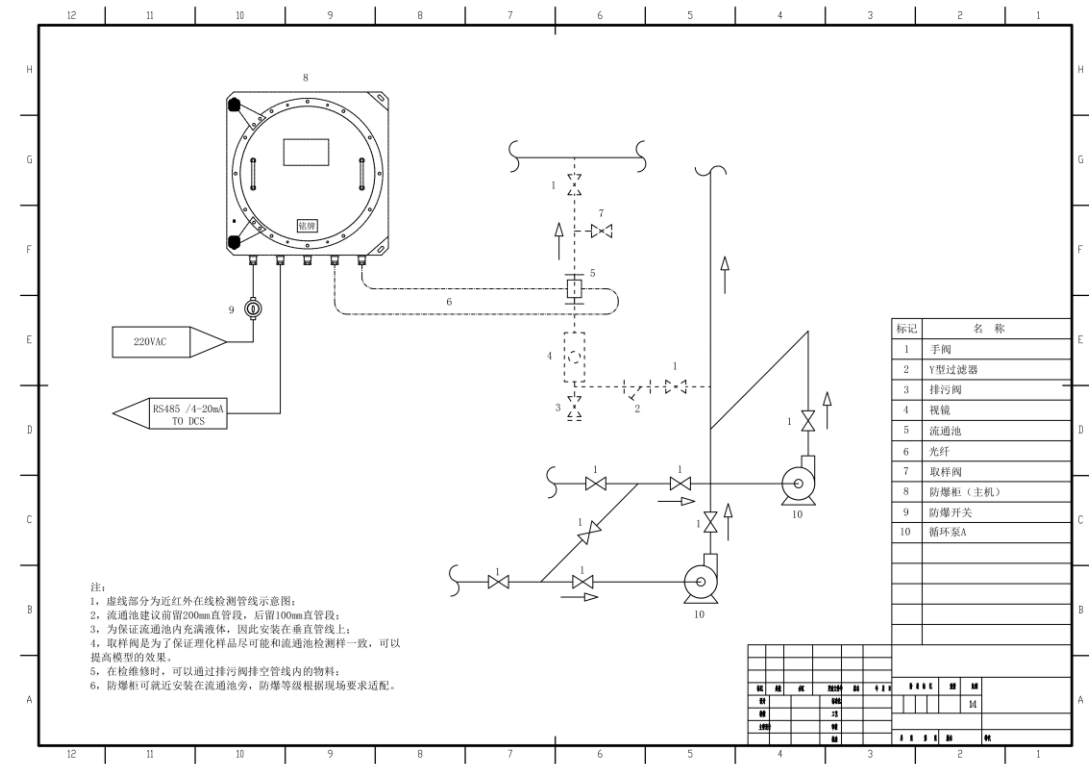


图 B.1 生产现场推荐安装位置