

前 言

本标准非等效采用日本工业标准 JIS K 1439—1973(1988 年确认)《碳酸钾》,对 GB/T 1587—1992《工业碳酸钾》进行修订,I 型优等品指标等效采用日本工业标准。本标准与日本工业标准的主要技术差异如下:

日本工业标准只设一个级别,本标准根据我国的实际情况将工业碳酸钾分为两个类型,I 型为一般工业用,分为三个级别;II 型主要用于制造显像管玻壳。

日本工业标准主含量测定的是总碱度,在计算中不扣除钙、镁和钠的含量;本标准在计算时扣除了钙、镁和钠的含量,测得的是碳酸钾的含量,比日本工业标准方法合理。

水不溶物指标日本工业标准为 0.01%,本标准为 0.02%,两者的测定方法不同。日本工业标准使用玻璃砂坩埚过滤,本标准使用古氏坩埚过滤,由于试验方法的差异,本标准的指标水平并不低于日本工业标准。

在分析方法上,主含量日本工业标准采用酸碱滴定法,本标准采用酸碱滴定法和四苯硼钾重量法两种方法,酸碱滴定法为日常检验法,四苯硼钾法为仲裁法。氯化物日本工业标准采用银量法,本标准采用汞量法和比浊法并列,汞量法为仲裁法,是国际标准通用方法。灼烧失量日本工业标准在 500℃~600℃下灼烧,本标准是在 270℃~300℃下灼烧。

本标准与原国家标准相比,氯化物含量的测定方法由原国家标准的电位滴定法改为汞量法和比浊法并列,汞量法为仲裁法。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 1587—1992。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会归口。

本标准起草单位:天津化工研究设计院、成都化工股份有限公司、浙江建德大洋化工厂、山西文通钾盐股份有限公司、河北眺山化工厂、常熟市旋力精细化工厂。

本标准主要起草人:杨前双、王建平、归向红、梁永祥、张瑞恒、许 朋、时 洁。

本标准首次发布于 1967 年,第一次修订于 1979 年,第二次修订于 1992 年。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分会负责解释。

中华人民共和国国家标准

GB/T 1587--2000

工业碳酸钾

代替 GB/T 1587 1992

Potassium carbonate for industrial use

1 范围

本标准规定了工业碳酸钾的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于工业碳酸钾,该产品主要用于合成气脱碳、电子管、玻璃、搪瓷、印染、电焊条、胶片显影、无机盐和显像管玻壳的原料。

分子式:K₂CO₃

相对分子质量:138.20(按1997年国际相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 191--1990 包装储运图示标志

GB/T 601--1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602--1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603--1988 化学试剂 试验方法中所用试剂及制品的制备

GB/T 1250--1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3049--1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻菲罗啉分光光度法
(neq ISO 6685:1982)

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(neq ISO 5790:1979)

GB/T 6678--1986 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(neq ISO 3696:1987)

3 分类

工业碳酸钾分为两种类型:

I型为一般工业用;II型主要用于制造显像管玻壳。

4 要求

4.1 外观:本品为白色粉状或颗粒状。

4.2 工业碳酸钾应符合表1要求。

表 1 要求

%

项 目		指 标			Ⅱ 型
		Ⅰ 型			
		优等品	一等品	合格品	
碳酸钾(K ₂ CO ₃)含量	≥	99.0	98.5	96.0	99.0
氯化物(以 KCl 计)含量	≤	0.01	0.10	0.20	0.03
硫化合物(以 K ₂ SO ₄ 计)含量	≤	0.01	0.10	0.15	0.04
铁(Fe)含量	≤	0.001	0.003	0.010	0.001
水不溶物含量	≤	0.02	0.05	0.10	0.04
灼烧失量	≤	0.60	1.00	1.00	0.80

注：灼烧失量指标仅适用于产品包装时检验用

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 GB/T 6682 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 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

安全提示:试验中所用的强酸均具有腐蚀性,操作时应小心。

5.1 碳酸钾含量的测定

5.1.1 酸碱滴定法

5.1.1.1 方法提要

碳酸钾在水溶液中呈碱性。用盐酸标准滴定溶液滴定试验溶液,根据盐酸标准滴定溶液的消耗量,扣除碳酸钠、碳酸钙、碳酸镁的消耗量,确定碳酸钾的含量。

5.1.1.2 试剂和材料

a) 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl})$ 约为 0.5 mol/L;

b) 溴甲酚绿-甲基红混合指示液。

5.1.1.3 仪器、设备

高温炉:能控制在 270℃~300℃下工作。

5.1.1.4 分析步骤

称取约 1 g 于 270℃~300℃灼烧至恒重的试样(精确至 0.000 2 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加 50 mL 水溶解。加入 5 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色。将溶液煮沸 2 min,冷却后,继续滴定至暗红色,在 30 s 内不褪色为终点。同时做空白试验。

5.1.1.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的碳酸钾含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1(\%) = \frac{c(V - V_0) \times 0.069\ 10}{m} \times 100 - 3.006X_3 - 5.686X_4$$

$$= \frac{6.910(V - V_0)c}{m} - 3.006X_3 - 5.686X_4 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: V ——滴定试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液的体积, mL;

c ——盐酸标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.069 10——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液 [$c(\text{HCl})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的碳酸钾的质量;

X_3 ——按照本标准 5.2 测得的钠含量, %;

X_4 ——按照本标准 5.3 测得的钙、镁(以 Mg 计)的含量, %;

3.006——将钠换算为碳酸钾的系数;

5.686——将镁换算为碳酸钾的系数。

5.1.1.6 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 0.3%。

5.1.2 四苯硼钾重量法(仲裁法)

5.1.2.1 方法提要

在弱酸性介质中, 碳酸钾与四苯硼钠反应生成四苯硼钾沉淀。根据四苯硼钾沉淀的质量扣除氯化钾、硫酸钾的质量计算碳酸钾的含量。

5.1.2.2 试剂和材料

a) 碳酸钾;

b) 无水乙醇;

c) 95%乙醇;

d) 冰乙酸溶液: 1+9;

e) 四苯硼钠乙醇溶液: 34 g/L;

配制: 称取 3.4 g 四苯硼钠, 溶于 100 mL 无水乙醇中, 必要时过滤后使用。

f) 四苯硼钾;

制备: 称取 0.2 g 碳酸钾, 精确至 0.001 g。溶于 300 mL 水中, 加入 5 滴甲基红指示, 用乙酸溶液调至红色, 于水浴上加热到 40℃, 在搅拌下加入 45 mL 四苯硼钠乙醇溶液, 放置 10 min。取下, 冷至室温, 用清洁的玻璃砂坩埚抽滤, 用 5% 的乙醇溶液转移沉淀, 抽干, 取下玻璃砂坩埚, 用 10 mL 无水乙醇分五次沿玻璃砂坩埚洗涤, 抽干。

g) 四苯硼钾乙醇饱和溶液;

配制: 将制得的四苯硼钾, 加入 50 mL 95%乙醇, 950 mL 水, 充分振荡使之饱和。使用前干过滤。

h) 甲基红乙醇溶液: 1 g/L。

5.1.2.3 仪器、设备

a) 玻璃砂坩埚: 滤板孔径 5 μm ~15 μm ;

b) 高温炉: 能控制在 270℃~300℃下工作。

5.1.2.4 分析步骤

称取 0.8 g~0.85 g 于 270℃~300℃灼烧至恒重的试样(精确至 0.000 2 g), 溶于水, 移入 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。如试验溶液浑浊, 则需干过滤, 弃去初始 10 mL~15 mL 滤液。用移液管移取 25 mL 试验溶液于 100 mL 烧杯中, 加 35 mL 水, 1 滴甲基红指示液, 用乙酸溶液调至红色。于水浴上加热到 40℃。在搅拌下逐滴加入 8.5 mL 四苯硼钠乙醇溶液, 放置 10 min。取下, 冷至室温。用已于 120℃~125℃下恒重的玻璃砂坩埚抽滤。用四苯硼钾乙醇溶液转移沉淀, 并每次用 15 mL 四苯硼钾乙醇饱和溶液洗涤 3~4 次, 抽干。取下玻璃砂坩埚, 用 2 mL 无水乙醇沿玻璃砂坩埚壁洗一次, 抽干。于 120℃~125℃下干燥至恒重。

5.1.2.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的碳酸钾(K_2CO_3)含量 X_2 按式(2)计算:

$$X_2(\%) = \frac{m_1 \times 0.1928}{m \times \frac{25}{500}} \times 100 - (0.9269X_5 + 0.7931X_6) \dots\dots\dots(2)$$

$$= \frac{385.6m_1}{m} - (0.9269X_5 + 0.7931X_6)$$

式中： m_1 ——四苯硼钾沉淀的质量，g；

m ——试料的质量，g；

0.1928——将四苯硼钾换算为碳酸钾的系数；

X_5 ——按照本标准 5.4 测得的氯化物(以 KCl 计)的含量，%；

X_6 ——按照本标准 5.5 测得的硫化物(以 K_2SO_4 计)含量，%；

0.9269——将氯化钾换算为碳酸钾的系数；

0.7931——将硫酸钾换算为碳酸钾的系数。

5.1.2.6 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 0.3%。

5.2 钠含量的测定

5.2.1 方法提要

钠在高温火焰中发射具有确定波长的特征光，其光强度与试验溶液中钠离子浓度成正比。通过测量发射光的强度测定试样中钠的含量。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 碳酸钾(光谱纯)溶液：20 g/L；

5.2.2.2 钠标准溶液：1 mL 溶液含有 0.1 mg Na。

5.2.3 仪器、设备

火焰分光光度计。

5.2.4 工作曲线的绘制

在一系列 250 mL 的容量瓶中，各加入 10 mL 碳酸钾溶液。再分别加入 0, 2.50, 5.00, 10.00, 15.00, 20.00, 25.00, 30.00 mL 的钠标准溶液。用水稀释至刻度，摇匀。使用火焰分光光度计，在波长 589 nm 处，以水调零，测量发射光的强度。以钠含量为横坐标，对应的发射光的强度为纵坐标绘制工作曲线。

5.2.5 分析步骤

称取约 0.2 g 试样(精确至 0.000 2 g)，置于烧杯中。加少量水溶解，转入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。使用火焰分光光度计，在波长 589 nm 处，以水调零，测量试验溶液的发射光的强度。

5.2.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的钠(Na)含量 X_3 按式(3)计算：

$$X_3(\%) = \frac{m_1 \times 0.001}{m \left(\frac{100 - X_{10}}{100} \right)} \times 100 = \frac{10 m_1}{m(100 - X_{10})} \dots\dots\dots(3)$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中钠的含量，mg；

m ——试料的质量，g；

X_{10} ——按照本标准 5.8 测得的灼烧失量，%。

5.2.7 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：

测定值在 0.01%~0.10% 为不大于 0.002%；测定值在 0.10% 以上为不大于 0.02%。

5.3 钙、镁含量的测定

5.3.1 方法提要

在 pH≈10 时,在氨-氯化铵缓冲溶液中,Ca²⁺、Mg²⁺ 与 EDTA 生成络合物。根据 EDTA 标准滴定溶液的消耗量确定钙、镁总量。

5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 盐酸溶液:1+1;

5.3.2.2 氨水溶液:2+3;

5.3.2.3 氨-氯化铵缓冲溶液甲:pH≈10;

5.3.2.4 镁标准溶液:1 mL 溶液含有 1 mg Mg;

配制:称取 1.660 g 于 800℃ 灼烧至恒重的氧化镁。溶于 25 mL 盐酸及少量水中,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.3.2.5 乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液:c(EDTA)约为 0.05 mol/L;

5.3.2.6 铬黑 T 指示剂。

5.3.3 仪器、设备

微量滴定管:分度值为 0.02 mL。

5.3.4 分析步骤

称取约 5 g 试样(精确至 0.01 g),置于 250 mL 锥形瓶中,加 90 mL 水溶解。加盐酸溶液中和至 pH≈4(以 pH 试纸检验)。加热煮沸 5 min,冷却。用移液管移取 5 mL 镁标准溶液置于上述溶液中,用氨水调节 pH≈8(以 pH 试纸检验)。加入 5 mL 氨-氯化铵缓冲溶液甲,加 0.1 g 铬黑 T 指示剂,摇匀。用 EDTA 标准滴定溶液滴定至溶液由紫红变为蓝色。在 30 s 内不褪色即为终点。

除不加试样外,与试样同时同样条件下做空白试验。

5.3.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的钙、镁(以 Mg 计)含量 X_4 按式(4)计算:

$$X_4(\%) = \frac{c(V - V_0) \times 0.02430}{m \left(\frac{100 - X_{10}}{100} \right)} \times 100 = \frac{c(V - V_0) \times 243.0}{m(100 - X_{10})} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:V——滴定试验溶液所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积,mL;

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的 EDTA 标准滴定溶液的体积,mL;

c——EDTA 标准滴定溶液的实际浓度,mol/L;

m——试料的质量,g;

X_{10} ——按照本标准 5.8 测得的灼烧失量,%;

0.02430——与 1.00 mL EDTA 标准滴定溶液 [$c(\text{EDTA})=1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的钙、镁(以镁计)的质量。

5.3.6 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:

测定值在 0.01%~0.10% 为不大于 0.005%;测定值在 0.10% 以上为不大于 0.02%。

5.4 氯化物含量的测定

5.4.1 比浊法

5.4.1.1 方法提要

在硝酸介质中,氯化物与硝酸银反应生成白色沉淀,与标准比浊溶液比较。

5.4.1.2 试剂和溶液

a) 无水乙醇;

b) 丙三醇;

c) 硝酸溶液:1+1;

d) 稳定剂:取 200 mL 丙三醇,200 mL 无水乙醇,加 100 mL 水,充分混匀;

e) 氯化钾标准溶液:1 mL 溶液含有 0.1 mg KCl;

配制:准确称取 0.100 0 g 于 500℃~600℃ 灼烧至恒重的氯化钾(优级纯),溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

f) 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)$ 约为 0.1 mol/L。

5.4.1.3 分析步骤

I 型优等品、II 型称取约 10 g 试样, I 型一等品、合格品称取约 1 g 试样(精确至 0.01 g),溶于水,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀,备用。

用移液管移取 10 mL 试验溶液于 100 mL 烧杯中,加 10 mL 水。逐滴加入 2 mL 硝酸溶液,加热煮沸。冷却后,移入 50 mL 比色管中,加 1 mL 硝酸溶液,10 mL 稳定剂,1 mL 硝酸银标准滴定溶液,稀释至刻度,摇匀。放置 10 min,与标准比浊溶液比较。

标准比浊溶液是于 50 mL 比色管中,加入氯化钾标准溶液 0.050,1.00,1.50,2.00,2.50,3.00,3.50,4.00 mL,加 20 mL 水,自“加 1 mL 硝酸溶液”开始,与试验溶液同时同样处理。

5.4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氯化物(以 KCl 计)含量 X_5 按式(5)计算:

$$X_5(\%) = \frac{V \times 0.0001}{m \left(\frac{100 - \bar{X}_{10}}{100} \right) \times \frac{10}{100}} \times 100 = \frac{10V}{m(100 - X_{10})} \dots\dots\dots(5)$$

式中: V ——与试验溶液的浊度相对应的标准比浊溶液中氯化钾标准溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

X_{10} ——按照本标准 5.8 测得的灼烧减量, %;

0.0001——1.00 mL 氯化钾标准溶液中氯化钾的质量, g。

5.4.1.5 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:

测定值在 0.01%~0.10% 为不大于 0.005%;测定值在 0.10% 以上为不大于 0.05%。

5.4.2 汞量法(仲裁法)

安全提示:硝酸汞有毒,必须小心处理。滴定所得残液应贮存起来,按 GB/T 3051—2000 中附录 A 的规定处理,以避免汞污染废水。

5.4.2.1 方法提要

同 GB/T 3051—2000 的第 3 章。

5.4.2.2 试剂和材料

a) 硝酸溶液:1+1;

b) 硝酸溶液:1+15;

c) 硝酸汞标准滴定溶液: $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]$ 约为 0.02 mol/L;

其他同 GB/T 3051—2000 的第 4 章。

5.4.2.3 仪器、设备

微量滴定管:分度值 0.02 或 0.01 mL。

5.4.2.4 分析步骤

I 型优等品、II 型称取约 10 g 试样, I 型一等品、合格品称取约 2 g 试样(精确至 0.01 g),溶于水,缓慢加入硝酸溶液[5.4.2.2 a)],冷却至室温,加 3 滴溴酚蓝指示液,则溶液呈蓝色,再小心滴加硝酸溶液[5.4.2.2 a)]至恰呈黄色,以下按 GB/T 3051—2000 的第 6 章操作。

5.4.2.5 结果的表示和计算

以质量百分数表示的氯化物(以 KCl 计)含量 X_6 按式(6)计算:

$$X_6(\%) = \frac{c(V - V_0) \times 0.07455}{m \left(\frac{100 - X_{10}}{100} \right)} \times 100$$

$$= \frac{c(V - V_0) \times 745.5}{m(100 - X_{10})} \dots\dots\dots(6)$$

式中： c ——硝酸汞标准滴定溶液的实际浓度，mol/L；

V ——滴定试验溶液所消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积，mL；

V_0 ——空白试验所消耗的硝酸汞标准滴定溶液的体积，mL；

X_{10} ——按照本标准 5.8 测得的灼烧失量，%；

0.074 55——与 1.00 mL 硝酸汞标准滴定溶液 $\{c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2]=1.000 \text{ mol/L}\}$ 相当的以克表示的氯化钾的质量。

5.4.2.6 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：

测定值在 0.01%~0.10% 为不大于 0.005%；测定值在 0.10% 以上为不大于 0.02%。

5.5 硫化物含量的测定

5.5.1 方法提要

用过氧化氢将碳酸钾中硫化物全部转化为硫酸盐；在酸性介质中，硫酸根离子与钡离子生成硫酸钡沉淀。将悬浮液与标准比浊溶液比较，从而确定硫化物含量。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 30%过氧化氢；

5.5.2.2 95%乙醇；

5.5.2.3 盐酸溶液：1+11；

5.5.2.4 氯化钡溶液：100 g/L；

5.5.2.5 硫酸钾标准溶液：1 mL 溶液含有 0.1 mg K_2SO_4 。

配制：准确称取 0.100 0 g 于 105℃~110℃ 干燥至恒重的无水硫酸钾 (K_2SO_4)。溶于水，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.5.3 分析步骤

I 型优等品、II 型称取约 10 g 试样，I 型一等品、合格品称取约 2 g 试样（精确至 0.01 g），溶于水，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取 10 mL 试验溶液置于 50 mL 烧杯中。加 2 滴过氧化氢。I 型优等品和 II 型用 15 mL 盐酸溶液，I 型一等品、合格品用 3 mL 盐酸溶液中和。加热煮沸 2 min。冷却后，移入 50 mL 比色管中，以少量水冲洗烧杯，倾入比色管中。加 2 mL 盐酸溶液，用水稀释至 40 mL。再加 5 mL 乙醇、3 mL 氯化钡溶液，摇匀。在 30℃~35℃ 水浴中保持 10 min。用水稀释到刻度，摇匀，与标准比浊溶液进行比较。

标准比浊溶液是于 50 mL 比色管中，分别加入硫酸钾标准溶液 0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00, 3.50, 4.00, 4.50 mL，各加 10 mL 水，2 滴过氧化氢，自“加 2 mL 盐酸溶液……”起与试样同时同样操作。

5.5.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫化物（以 K_2SO_4 计）含量 X_7 ，按式(7)计算：

$$X_7(\%) = \frac{V \times 0.000 1}{m \left(\frac{100 - X_{10}}{100} \right) \times \frac{10}{100}} \times 100 = \frac{10 V}{m(100 - X_{10})} \dots\dots\dots(7)$$

式中： V ——与试验溶液的浊度相对应的标准比浊溶液中硫酸钾标准溶液的体积，mL；

m ——试料的质量，g；

X_{10} ——按照本标准 5.8 测得的灼烧失量，%；

0.000 1——1.00 mL 硫酸钾标准溶液中硫酸钾的质量，g。

5.5.5 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:

测定值在 0.01%~0.10% 为不大于 0.005%;测定值在 0.10% 以上为不大于 0.03%。

5.6 铁含量的测定

5.6.1 方法提要

同 GB/T 3049—1986 的第 2 章。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 盐酸;

5.6.2.2 氨水溶液:1+1;

其他同 GB/T 3049—1986 的第 3 章。

5.6.3 仪器、设备

分光光度计:带有 3 cm 的吸收池。

5.6.4 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 中 5.3 规定的的使用 3 cm 吸收池及相应的铁标准溶液用量,绘制工作曲线。

5.6.5 分析步骤

5.6.5.1 试验溶液的制备

I 型优等品、一等品、II 型称取约 2 g 试样, I 型合格品称取约 1 g 试样(精确至 0.01 g),置于 100 mL 烧杯中,加入 30 mL 水溶解,加入 8 mL 盐酸溶液,加热煮沸 3 min,冷却。

5.6.5.2 空白试验溶液的制备

在 100 mL 烧杯中,加入 30 mL 水,加入 8 mL 盐酸溶液,用氨水溶液调节 pH 值至中性(用 pH 试纸检验),加热煮沸 3 min,冷却。

5.6.5.3 测定

将试验溶液和空白试验溶液,按 GB/T 3049—1986 的 5.4 的规定从“必要时,加水至 60 mL……”开始进行操作。

5.6.6 分析结果的表述

以质量百分数表示的铁(Fe)含量 X_8 按式(8)计算:

$$X_8(\%) = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \left(\frac{100 - X_{10}}{100} \right)} \times 100 = \frac{10(m_1 - m_0)}{m(100 - X_{10})} \dots\dots\dots(8)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁的质量,mg;

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量,mg;

m ——试料的质量,g;

X_{10} ——按照本标准 5.8 测得的灼烧减量,%。

5.6.7 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:

I 型优等品、一等品、II 型为不大于 0.000 2%; I 型合格品为不大于 0.005%。

5.7 水不溶物含量的测定

5.7.1 方法提要

以水溶解试样,用古氏坩埚抽滤,再将不溶物干燥至恒重,根据不溶物的质量确定水不溶物含量。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 酚酞乙醇溶液:10 g/L;

5.7.2.2 盐酸溶液:1+3;

5.7.2.3 碳酸钾溶液:70 g/L;

5.7.2.4 酸洗石棉:取适量酸洗石棉浸泡在盐酸溶液中,煮沸 20 min,用布氏漏斗过滤并用水洗涤至

中性。再用碳酸钾溶液浸泡并煮沸 20 min,用布氏漏斗过滤并用水洗涤至中性。用水调成糊状,备用。

5.7.3 仪器、设备

古氏坩埚。

5.7.4 分析步骤

5.7.4.1 过滤坩埚的处理

将古氏坩埚置于抽滤瓶上,在筛板上下各均匀铺一层石棉。每层厚约 3 mm。用蒸馏水洗至滤液不含棉毛。将古氏坩埚移入电烘箱内,于 105℃~110℃下烘干后称量。再用蒸馏水洗石棉层至滤液不含棉毛,烘干,称重,重复操作,直至古氏坩埚恒重。

将古氏坩埚装置于抽滤瓶上,用水润湿石棉层,备用。

5.7.4.2 试样的测定

称量约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于 400 mL 烧杯中,加入 300 mL 水使之溶解,用已备好的古氏坩埚过滤。用蒸馏水洗涤不溶物,直至 20 mL 洗液加 2 滴酚酞后不显红色为止。将不溶物同古氏坩埚一并于 105℃~110℃下干燥至恒重。

5.7.5 分析结果的表示和计算

以质量百分数表示的水不溶物含量 X_9 按式(9)计算:

$$X_9(\%) = \frac{m_2 - m_1}{m \left(\frac{100 - X_{10}}{100} \right)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中: m_1 ——古氏坩埚的质量, g;

m_2 ——古氏坩埚和不溶物的质量, g;

m ——试料的质量, g;

X_{10} ——按照本标准 5.8 测得的灼烧失量, %。

5.7.6 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:

I 型优等品、一等品、II 型为不大于 0.005%; I 型合格品为不大于 0.03%。

5.8 灼烧失量的测定

5.8.1 方法提要

将试样在 270℃~300℃下灼烧,根据灼烧前后的减量确定灼烧失量。

5.8.2 仪器、设备

高温炉:能控制在 270℃~300℃下工作。

5.8.3 分析步骤

称取约 5 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于已恒重的瓷坩埚中,在 270℃~300℃下灼烧至恒重。

5.8.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的灼烧失量 X_{10} 按式(10)计算:

$$X_{10}(\%) = \frac{m - m_0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中: m ——灼烧前试料的质量, g;

m_0 ——灼烧后试料的质量, g。

5.8.5 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 0.05%。

6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和常规检验。

6.1.1 型式检验

要求中规定的工业碳酸钾所有六项指标为型式检验项目,在正常生产情况下三个月至少进行一次型式检验。

6.1.2 常规检验

碳酸钾、氯化物、硫化物、铁、灼烧失量为常规检验项目,应逐批检验。

6.2 每批产品不超过 100 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。每一袋为一包装单元。

采样时,将采样器自包装袋的上方斜插至料层的 3/4 处采样。将采得的样品混匀后,按四分法缩分至约 500 g,立即装入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、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存三个月备查。

6.4 工业碳酸钾应由生产厂的质量监督部门按照本标准的规定进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

6.5 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业碳酸钾进行验收,验收时间在货到一个月内进行。

6.6 检验结果如有一项指标不符合本标准的要求时,应自两倍量的包装中采样重新进行复验,复验结果即使只有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

6.7 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。

7 标志、标签

7.1 工业碳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、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 191—1990 中规定的“怕湿”标志。

7.2 每批出厂的产品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、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。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业碳酸钾用内衬二层塑料薄膜袋、外套塑料编织袋包装。每袋净含量 25 kg 或 50 kg。如果用户对包装另有要求,协商解决。

8.2 工业碳酸钾包装时内包装塑料袋使用尼龙绳两次扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于 15 mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口。缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。

8.3 工业碳酸钾在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、受潮。

8.4 工业碳酸钾应贮存在阴凉、干燥处,防止雨淋、受潮。