

ICS 71.060.50

CCS G 12



中华人民共和国国家标准

GB/T 1606—XXXX

代替 GB/T 1606—2008

工业碳酸氢钠

Sodium bicarbonate for industrial use

征求意见稿

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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。

本文件代替 GB/T 1606—2008《工业碳酸氢钠》，与 GB/T 1606—2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了产品分类（见第 5 章，2008 年版的第 4 章）；
- b) 更改了指标参数，按照新的产品分类进行调整（见 6.2，2008 年版的 5.2）；
- c) 增加了氯化物含量电位滴定法测定方法（见 7.4.1）；
- d) 删除了氯化物含量目视比浊法测定方法（见 2008 年版的 6.7.2）；
- e) 增加了铁含量电感耦合等离子体发射光谱法测定方法（见 7.5.2）；
- f) 增加了硫酸盐含量硫酸钡重量法测定方法（见 7.6.1）；
- g) 增加了水不溶物含量微孔过滤膜法测定方法（见 7.7.2）；
- h) 删除了水不溶物含量测定的石棉滤纸法（见 2008 年版的 6.9.5）；
- i) 删除了附录 A（见 2008 年版的附录 A）。

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无机化工分技术委员会（SAC/TC 63/SC 1）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1986 年首次发布，1998 年第一次修订，2008 年第二次修订；

——本次为第三次修订。

工业碳酸氢钠

1 范围

本文件规定了工业碳酸氢钠的分类、要求、试验方法、检验规则、标志和随行文件以及包装、运输、贮存。

本文件适用于以天然碱法、合成法和复分解法生产制得的工业碳酸氢钠。

注：该产品主要用于精细化工、日化、印染、鞣革、橡胶、冶金、环保、金属表面处理等行业。

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/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法

GB/T 3050—2000 无机化工产品中氯化物含量测定的通用方法 电位滴定法

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 5009.11 食品安全国家标准 食品中总砷及无机砷的测定

GB 5009.74 食品安全国家标准 食品添加剂中重金属限量试验

GB 5009.76 食品安全国家标准 食品添加剂中砷的测定

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 23769—2009 无机化工产品 水溶液中pH值测定通用方法

GB/T 23947.1 无机化工产品中砷测定的通用方法 第1部分：二乙基二硫代氨基甲酸银光度法

GB/T 23947.2 无机化工产品中砷测定的通用方法 第2部分：砷斑法

GB/T 23950 无机化工产品中重金属测定通用方法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第1部分：标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第2部分：杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用标准溶液、制剂及制品的制备 第3部分：制剂及制品的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 分子式和相对分子质量

分子式： NaHCO_3

相对分子质量：84.01（按 2022 年国际相对原子质量）

5 分类

工业碳酸氢钠根据用途分为3类：

—— I 类为精细化工行业用碳酸氢钠；

—— II 类为一般工业用碳酸氢钠；

—— III 类为环保行业用碳酸氢钠。

6 要求

6.1 外观：白色结晶粉末，允许部分结块。

6.2 工业碳酸氢钠按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	指 标				
	I 类	II 类	III 类		
			一等品	合格品	
总碱量(以 NaHCO_3 计)w/%	\geq	99.5	99.0	98.5	95.0
氯化物(以 Cl 计) w/%	\leq	0.05	0.40	—	—
铁(Fe) w/%	\leq	0.001	0.002	0.05	0.05
硫酸盐(以 SO_4 计)w/%	\leq	0.02	0.05	0.80	0.80
水不溶物 w/%	\leq	0.01	0.02	—	—
干燥减量 w/%	\leq	0.10	0.15	0.20	0.20
pH 值(10g/L 水溶液)	\leq	8.3	8.5	8.7	8.7
钙(Ca) w/%	\leq	0.03	0.03	—	—
砷(As) w/%	\leq	0.0001	0.0001	—	—
重金属(以 Pb 计)w/%	\leq	0.0005	0.0005	—	—

7 试验方法

警示：本试验方法中所使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性，操作时应小心谨慎！必要时需在通风橱中操作。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

7.1 一般规定

本文件试验中所用试剂和水，在未注明其他要求时，均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 表 1 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，在未注明其他要求时，均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2 和 HG/T 3696.3 的规定制备。

7.2 外观检验

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。

7.3 总碱量的测定

7.3.1 原理

碳酸氢钠、碳酸钠是强碱弱酸盐，在水中碳酸氢根、碳酸根水解，产生定量的氢氧根，以溴甲酚绿-甲基红指示液为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定，测定总碱量。

7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 盐酸标准滴定溶液： $c(\text{HCl}) = 1 \text{ mol/L}$ 。

7.3.2.2 溴甲酚绿-甲基红指示液。

7.3.3 试验步骤

称取约 2.5 g 试样，精确到 0.000 2 g，置于 250 mL 锥形瓶中，用 50 mL 水溶解，加 6 滴~10 滴溴甲酚绿-甲基红指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色，煮沸 2 min，冷却后继续滴定至暗红色为终点。

同时做空白试验。空白试验除不加试样外其他操作及加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与测定试验相同。

7.3.4 试验数据处理

总碱量以碳酸氢钠 (NaHCO_3) 的质量分数 w_1 计，按公式 (1) 计算：

$$w_1 = \frac{c[(V_1 - V_0)/1000]M}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升 (mol/L)；

V_1 ——滴定试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——滴定空白试验溶液所消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；

M ——碳酸氢钠 (NaHCO_3) 的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=84.01$)；

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 %。

7.4 氯化物含量的测定

7.4.1 电位滴定法（仲裁法）

7.4.1.1 原理

见 GB/T 3050—2000 中第 3 章。

7.4.1.2 试剂或材料

7.4.1.2.1 硝酸溶液：1+1。

7.4.1.2.2 氯化钠标准溶液： $c(\text{NaCl})=0.05\text{ mol/L}$ 。称取 2.9225 g 预先在 $500\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的基准氯化钠，精确到 0.000 2 g，置于烧杯中，加水溶解后全部移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释刻度，摇匀。

7.4.1.2.3 硝酸银标准滴定溶液： $c(\text{AgNO}_3)=0.05\text{ mol/L}$ 。按下列方法配制、标定和计算。

a) 配制：称取 8.75 g 硝酸银，精确到 0.01 g，溶于 1 000 mL 水中，摇匀。溶液保存于棕色瓶中。

b) 标定：用移液管移取 5 mL 氯化钠标准溶液（见 7.4.1.2.2），置于 100 mL 烧杯中，加 40 mL 水，放入磁力搅拌子，将烧杯置于电磁搅拌器上，开动搅拌器，加入 2 滴溴酚蓝指示液（见 7.4.1.2.4），滴加硝酸溶液（见 7.4.1.2.1）至恰呈黄色。把测量电极和参比电极插入溶液中，将电极与电位计连接，记录起始电位值。用硝酸银标准滴定溶液滴定，先加入 4.00 mL，再逐次加入 0.10 mL。记录每次加入硝酸银标准滴定溶液后的总体积和对应的电位值 E ，计算出连续增加的电位值的 ΔE_1 和增加的电位值 ΔE_1 之间的差值 ΔE_2 。 ΔE_1 的最大值即为滴定终点，终点后再继续记录一个电位值 E ，记录格式应符合 GB/T 3050—2000 中附录 C 的规定。或用自动电位滴定仪进行标定。

c) 滴定所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积 V_2 ，单位为毫升（mL），按公式（2）计算：

$$V_2 = V_3 + \frac{b}{B} V_4 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V_3 ——电位增量值 ΔE_1 达最大值前所加入硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

b —— ΔE_2 最后一次正值；

B —— ΔE_2 最后一次正值和第一次负值的绝对值之和；

V_4 ——电位增量值 ΔE_1 达最大值前最后一次加入硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）。

d) 硝酸银标准滴定溶液的浓度 c_1 ，单位为摩尔每升（mol/L），按公式（3）计算：

$$c_1 = \frac{c_2 V_5}{V_6} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

c_2 ——氯化钠标准溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_5 ——滴定时移取氯化钠标准溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_6 ——滴定所消耗的硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）。

两人同时作三平行，每人三平行测定结果的极差与平均值之比不得大于 0.2 %，两人测定平均值之

差与两人平均结果之比不得大于 0.2 %。结果取平均值，浓度值取四位有效数字。

7.4.1.2.4 溴酚蓝指示液：1 g/L 乙醇溶液。

7.4.1.3 仪器设备

7.4.1.3.1 电位计或自动电位滴定仪，分别满足以下要求。

- a) 电位计：精确度 1 mV，配有银电极和双液接型饱和甘汞电极。
- b) 自动电位滴定仪：配有银复合电极。

7.4.1.3.2 电磁搅拌器：配有磁力搅拌子。

7.4.1.3.3 微量滴定管：分度值为 0.02 mL 或 0.01 mL。

7.4.1.4 试验步骤

称取适量试样（I 类 7 g，II 类 1 g），精确到 0.01 g，置于 100 mL 烧杯中，加 40 mL 水溶解。放入磁力搅拌子，将烧杯置于电磁搅拌器上，开动搅拌器，加入 2 滴溴酚蓝指示液，滴加硝酸溶液至恰呈黄色。把测量电极和参比电极插入溶液中，将电极与电位计连接，记录起始电位值。用硝酸银标准滴定溶液滴定，逐次加入 0.10 mL。记录每次加入硝酸银标准滴定溶液后的总体积和对应的电位值 E，计算出连续增加的电位值的 ΔE_1 和增加的电位值 ΔE_1 之间的差值 ΔE_2 。 ΔE_1 的最大值即为滴定终点，终点后再继续记录一个电位值 E，记录格式应符合 GB/T 3050—2000 中附录 C 的规定。或用自动电位滴定仪进行滴定。

同时做空白试验。空白试验除不加试样外其他操作及加入试剂的种类和量（标准滴定溶液除外）与测定试验相同。

7.4.1.5 试验数据处理

氯化物含量以氯（Cl）的质量分数 w_2 计，按公式（4）计算：

$$w_2 = \frac{c_1[(V_7 - V_8)/1000]M_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

c_1 ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_7 ——滴定试验溶液所消耗的硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_8 ——滴定空白试验所消耗的硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

M_1 ——氯（Cl）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=35.45$ ）；

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 I 类产品不大于 0.006 %，II 类产品不大于 0.02 %。

7.4.2 汞量法

7.4.2.1 原理

见 GB/T 3051—2000 中第 3 章。

7.4.2.2 试剂或材料

7.4.2.2.1 硝酸溶液：1+1。

7.4.2.2.2 硝酸溶液：1+7。

7.4.2.2.3 氢氧化钠溶液：40 g/L。

7.4.2.2.4 硝酸汞标准滴定溶液 I： $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}] = 0.05 \text{ mol/L}$ ，按 GB/T 3051—2000 的 4.6 配制并标定。

7.4.2.2.5 硝酸汞标准滴定溶液 II： $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}] = 0.02 \text{ mol/L}$ ，按 GB/T 3051—2000 的 4.7 配制并标定。

7.4.2.2.6 溴酚蓝指示液：1 g/L 乙醇溶液。

7.4.2.2.7 二苯偶氮碳酰肼指示液：5 g/L 乙醇溶液。

7.4.2.3 试验步骤

7.4.2.3.1 参比溶液的制备

在 250 mL 锥形瓶中加 40 mL 水和 2 滴溴酚蓝指示液。滴加硝酸溶液（见 7.4.2.2.2）至溶液由蓝色恰变黄色，再过量 2 滴~3 滴。加 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液，用硝酸汞标准滴定溶液 I 滴定至溶液由黄色变为紫红色，记录所消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积。此溶液在使用前制备。

7.4.2.3.2 试验

称取约 2 g 试样，精确到 0.01 g，置于 250 mL 锥形瓶中，加 40 mL 水溶解，加 2 滴溴酚蓝指示液，滴加硝酸溶液（见 7.4.2.2.1）中和至溶液变为黄色后，再滴加氢氧化钠溶液至呈蓝色，再用硝酸溶液（见 7.4.2.2.2）调至恰呈黄色再过量 2 滴~3 滴。加 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液，用硝酸汞标准滴定溶液 I 或 II 滴定至溶液由黄色变为与参比溶液（见 7.4.2.3.1）相同的紫红色即为终点。

将滴定后的含汞废液保存起来，按 GB/T 3051—2000 附录 D 的规定进行处理，或交由有资质的专业危险废物处理机构进行处理。

7.4.2.4 试验数据处理

氯化物含量以氯（Cl）的质量分数 w_2 计，按公式（5）计算：

$$w_2 = \frac{c_3[(V_9 - V_{10})/1000]M_l}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

c_3 ——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）；

V_9 ——滴定试验溶液所消耗的硝酸汞标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_{10} ——参比溶液制备中所消耗的硝酸汞标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

M_1 ——氯（Cl）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=35.45$ ）；

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 I 类产品不大于 0.006%，II 类产品不大于 0.02%。

7.5 铁含量的测定

7.5.1 1,10-菲啰啉分光光度法（仲裁法）

7.5.1.1 原理

见 GB/T 3049—2006 中第 3 章。

7.5.1.2 试剂或材料

见 GB/T 3049—2006 中第 4 章。

7.5.1.3 仪器设备

见 GB/T 3049—2006 中第 5 章。

7.5.1.4 试验步骤

7.5.1.4.1 标准曲线的绘制

按照 GB/T 3049—2006 中 6.3 规定的步骤，使用 3 cm 或 4 cm 的比色皿，绘制铁含量为 10 μg ~100 μg 标准曲线。

7.5.1.4.2 试验

称取约 10 g 试样，精确到 0.01 g，置于 250 mL 烧杯中，加少量水润湿，盖上表面皿，滴加 25 mL 盐酸溶液，煮沸 3 min~5 min。冷却至室温（必要时过滤），转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用移液管移取适量上述试验溶液（I 类和 II 类 50 mL，III 类 5 mL），置于 100 mL 烧杯中，用氨水溶液或盐酸溶液调节至 pH 约为 2，用精密 pH 试纸检验。以下按照 GB/T 3049—2006 的 6.4 规定的步骤，从“将试液定量转移至 100 mL 的容量瓶内……”开始进行操作。同时同样处理空白试验溶液，从标准曲线上查出相应的铁的质量。

7.5.1.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）的质量分数 w_3 计，按公式（6）计算：

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_2) \times 10^{-3}}{m(V_{11}/250)} \times 100\% \dots\dots\dots (6)$$

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出的试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_2 ——从标准曲线上查出的空白试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m ——试料质量的数值，单位为克（g）；

V_{11} ——移取的试验溶液体积的数值，单位为毫升（mL）。

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 I 类和 II 类产品不大于 0.0005%，III 类产品不大于 0.002%。

7.5.2 电感耦合等离子体发射光谱法

7.5.2.1 原理

试样溶解后，使用电感耦合等离子体发射光谱仪，采用标准曲线法测定试样中的铁含量。

7.5.2.2 试剂或材料

7.5.2.2.1 硝酸溶液：1+1，用优级纯配制。

7.5.2.2.2 硝酸溶液：1+19，用优级纯配制。

7.5.2.2.3 铁标准溶液：1 mL 溶液含铁（Fe）0.010 mg。用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（1+19）稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.5.2.2.4 水：符合 GB/T 6682—2008 规定的二级水。

7.5.2.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪（以下简称 ICP-OES）。

7.5.2.4 试验步骤

7.5.2.4.1 试验溶液的制备

称取适量试样（I 类和 II 类 1 g，III 类 0.1 g），精确至 0.001 g，置于烧杯中，盖上表面皿，加硝酸溶液（见 7.5.2.2.1）至试样溶解，转移至 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（见 7.5.2.2.2）稀释至刻度，摇匀。

7.5.2.4.2 标准曲线溶液的制备

用移液管分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 铁标准溶液，置于 6 个 50 mL 容量瓶中，用硝酸溶液（见 7.5.2.2.2）稀释至刻度，摇匀。

7.5.2.4.3 试验

使用ICP-OES，于238.204 nm测定波长处，将标准曲线溶液、试验溶液分别导入ICP-OES进样系统，测定标准曲线溶液和试验溶液中铁元素的发射强度。以标准曲线溶液中铁的质量浓度(mg/L)为横坐标，对应的发射强度为纵坐标绘制标准曲线。根据试验溶液产生的发射强度，从标准曲线上查出铁的质量浓度(mg/L)。

7.5.2.5 试验数据处理

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_3 计，按公式(7)计算：

$$w_3 = \frac{\rho \times 0.05 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

ρ ——由标准曲线查出的试验溶液中铁质量浓度的数值，单位为毫克每升(mg/L)；

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 I 类和 II 类产品不大于 0.0005%，III类产品不大于 0.002%。

7.6 硫酸盐含量的测定

7.6.1 硫酸钡重量法(仲裁法)

7.6.1.1 原理

溶解试样并分离不溶物，在稀盐酸介质中使硫酸盐沉淀为硫酸钡，将得到的沉淀进行分离，在 800 °C ± 25 °C 下灼烧后称量。

7.6.1.2 试剂或材料

7.6.1.2.1 氨水。

7.6.1.2.2 盐酸溶液：1+1。

7.6.1.2.3 氯化钡溶液：100 g/L。

7.6.1.2.4 硝酸银溶液：5 g/L。用少量水溶解 0.5 g 硝酸银，加 20 mL 硝酸溶液(1+1)，用水稀释至 100 mL，摇匀。

7.6.1.2.5 甲基橙指示液：1 g/L。

7.6.1.3 仪器设备

高温炉：温度能控制在 800 °C ± 25 °C。

7.6.1.4 试验步骤

称取约 20 g 试样，精确至 0.01 g，置于烧杯中，加 50 mL 水，搅拌，滴加 70 mL 盐酸溶液中和试料并使

之酸化，用中速定量滤纸过滤并洗涤。滤液收集于烧杯中，控制试验溶液体积约250 mL。滴加3滴甲基橙指示液，用氨水中和后再加6 mL盐酸溶液酸化，煮沸，在不断搅拌下滴加25 mL氯化钡溶液（约90 s加完），在不断搅拌下继续煮沸2 min。在沸水浴上放置2 h，停止加热，静置4 h，用慢速定量滤纸过滤，用热水洗涤沉淀直到取10 mL滤液与1 mL硝酸银溶液混和，5 min后仍保持透明为止。

将滤纸连同沉淀移入预先在800 °C ± 25 °C下灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，灰化后移入高温炉内，于800 °C ± 25 °C下灼烧至质量恒定。

7.6.1.5 试验数据处理

硫酸盐含量以硫酸根（SO₄）的质量分数 w_4 计，按公式（8）计算：

$$w_4 = \frac{m_3 \times 0.4116}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

式中：

m_3 ——灼烧后硫酸钡的质量的数值，单位为克（g）；

0.4116——硫酸钡换算为硫酸根的系数；

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0.006 %。

7.6.2 硫酸钡比浊法

7.6.2.1 原理

在微酸性介质中，用氯化钡沉淀硫酸根离子，与硫酸钡标准比浊溶液比较。

7.6.2.2 试剂或材料

7.6.2.2.1 盐酸溶液：1+2；

7.6.2.2.2 氯化钡溶液：100 g/L。

7.6.2.2.3 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸根（SO₄）0.10 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.6.2.3 仪器设备

恒温水浴箱：温度能控制在40 °C ~ 50 °C。

7.6.2.4 试验步骤

7.6.2.4.1 试验溶液 A 的制备

称取5.00g ± 0.01g试样，置于100 mL烧杯中，加水使之溶解，全部转移至100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液 A，用于硫酸盐含量以及钙含量的测定。

7.6.2.4.2 试验

用移液管移取适量试验溶液A（I类和II类10 mL，III类5 mL），置于100 mL烧杯中，加入盐酸溶液中中和至pH约为7，用pH试纸检验，并过量5滴，煮沸3min~5min，以赶尽二氧化碳，冷却。全部转移至50 mL比色管中，加入2 mL氯化钡溶液，加水至刻度，摇匀。置于40 °C~50 °C恒温水浴中，10 min后比较，如果所产生的白色混浊深于标准比浊溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。

标准比浊溶液是按下列规定移取硫酸盐标准溶液，与试料同时同样处理。

I类：1.00mL；II类：2.50mL；III类：20.00mL。

7.7 水不溶物含量的测定

7.7.1 酸洗石棉古氏坩埚法（仲裁法）

7.7.1.1 原理

试样溶于40 °C的水中，将不溶物经过滤、洗涤、干燥后称量。

7.7.1.2 试剂或材料

7.7.1.2.1 酚酞指示液：10 g/L。

7.7.1.2.2 酸洗石棉：取适量酸洗石棉置于烧杯中，浸泡于盐酸溶液（1+3）中，煮沸20 min，用布氏漏斗过滤并用水洗至中性。再用无水碳酸钠溶液（100 g/L）浸泡并煮沸20 min，用布氏漏斗过滤，用水洗至中性，并用酚酞指示液进行检验，置于烧杯中加水调成糊状，备用。

7.7.1.3 仪器设备

7.7.1.3.1 古氏坩埚：容量30 mL。

7.7.1.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在110 °C±5 °C。

7.7.1.4 试验步骤

7.7.1.4.1 古氏坩埚的制备

将古氏坩埚置于抽滤瓶上，在筛板上下各均匀铺一层酸洗石棉，边抽滤边用平头玻璃棒压紧，每层厚约3 mm。用50 °C±5 °C的水洗涤至滤液中不含石棉纤维。将古氏坩埚置于电热恒温干燥箱中，于110 °C±5 °C下干燥后称量。重复洗涤、干燥步骤至质量恒定。

7.7.1.4.2 试验

称取20 g~40 g试样，精确至0.01 g，置于烧杯中，加入200 mL~400 mL约40 °C的水使试样溶解，保持溶液温度在50 °C±5 °C。用已质量恒定的古氏坩埚过滤，用50 °C±5 °C的水洗涤不溶物，直至在20 mL洗涤液与20 mL水中加2滴酚酞指示液后所呈的颜色一致为止。取下古氏坩埚置于110 °C±5 °C电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

7.7.1.5 试验数据处理

水不溶物以质量分数 w_5 计，按公式（9）计算：

$$w_5 = \frac{m_4 - m_5}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (9)$$

式中：

m_4 ——干燥的古氏坩埚和水不溶物质量的数值，单位为克（g）；

m_5 ——干燥的古氏坩埚质量的数值，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，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.006 %。

7.7.2 微孔过滤膜法

7.7.2.1 原理

试样溶于 40 °C 的水中，将不溶物经过滤、洗涤、干燥后称量。

7.7.2.2 试剂或材料

酚酞指示液：10 g/L 乙醇溶液。

7.7.2.3 仪器设备

7.7.2.3.1 膜式过滤装置：1 000 mL。

7.7.2.3.2 微孔过滤膜：亲水聚四氟乙烯材质，孔径为 0.45 μm ，直径为 47 mm~50 mm。

7.7.2.3.3 电热恒温干燥箱：温度能控制在 110 °C \pm 5 °C。

7.7.2.4 试验步骤

微孔过滤膜放入称量瓶中，置于电热恒温干燥箱中，于 110 °C \pm 5 °C 干燥至质量恒定，精确至 0.000 2 g。

称取 20 g~40 g 试样，精确至 0.01 g，置于烧杯中，用约 200 mL~400 mL 水（约 40 °C）溶解，维持试验溶液温度在 50 °C \pm 5 °C。将微孔过滤膜与膜式过滤装置组装在一起，过滤试验溶液。用 50 °C \pm 5 °C 水洗涤不溶物，直至在 20 mL 洗涤液与 20 mL 水中加 2 滴酚酞指示液后所呈的颜色一致为止。将微孔过滤膜小心取下放入原称量瓶中，于 110 °C \pm 5 °C 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

7.7.2.5 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数 w_5 计，按公式（10）计算：

$$w_5 = \frac{m_6 - m_7}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (10)$$

式中：

m_6 ——干燥的称量瓶、微孔过滤膜和不溶物质量的数值，单位为克（g）；

m_7 ——干燥的称量瓶和微孔过滤膜质量的数值，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，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.006 %。

7.8 干燥减量的测定

7.8.1 原理

将试料置于真空干燥箱中放置 4 h 后取出，测定其干燥减量。

7.8.2 仪器设备

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

7.8.2.2 真空泵。

7.8.2.3 真空表：-0.1 MPa。

7.8.2.4 真空干燥箱：温度能控制在 $40 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

7.8.3 试验步骤

用已于 -0.04 MPa（表压）和 $40 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 的真空干燥箱中干燥至质量恒定的称量瓶，称取约 5g 试样，精确至 0.000 2 g。慢慢摇动称量瓶使试料厚度均匀，放入真空干燥箱中用真空泵抽取真空 -0.04 MPa（表压），并保持此真空度，在 $40 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 条件下，放置 4 h，取出冷却至室温称量。

7.8.4 试验数据处理

干燥减量以质量分数 w_6 计，按公式（11）计算：

$$w_6 = \frac{m_8 - m_9}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (11)$$

式中：

m_8 ——干燥前称量瓶和试料的质量的数值，单位为克（g）；

m_9 ——干燥后称量瓶和试料的质量的数值，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，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 %。

7.9 pH 的测定

7.9.1 试剂或材料

无二氧化碳的水。

7.9.2 仪器设备

酸度计：精度为 0.02。配有玻璃电极、饱和甘汞电极或复合电极。

7.9.3 试验步骤

称取 $1.00\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试样，置于150 mL烧杯中，加入约25 °C的100 mL无二氧化碳的水，待试样完全溶解，在10 min内（从加水开始计时）按照GB/T 23769—2009中8.3规定的方法进行测定。

7.10 钙含量的测定

7.10.1 原理

在微碱性介质中，用草酸铵沉淀试料中的钙离子，与草酸钙标准悬浮液比浊。

7.10.2 试剂或材料

7.10.2.1 乙酸溶液：1+19。

7.10.2.2 氨水溶液：1+1。

7.10.2.3 氯化铵溶液：50 g/L。

7.10.2.4 草酸铵溶液：50 g/L。

7.10.2.5 钙标准溶液：1 mL 溶液含钙（Ca）0.10 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的钙标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.3 试验步骤

用移液管移取10 mL试验溶液A（7.6.2.4.1），置于25mL比色管中，用乙酸溶液中和至中性（pH试纸检验），加入1 mL氯化铵溶液、1 mL氨水溶液和1 mL草酸铵溶液，摇匀。10 min后比较，如果所产生的白色混浊深于标准比浊溶液，则不符合本文件规定的指标要求，否则符合本文件规定的指标要求。

标准比浊溶液是按下列规定移取钙标准溶液，与试料同时同样处理。

I 类：1.50 mL； II 类：1.50 mL。

7.11 砷含量的测定

称取适量试样，精确至0.000 2 g，置于烧杯中，加入适量的水，待试样完全溶解，以下按照GB/T 23947.1或GB/T 23947.2或GB 5009.76或GB 5009.11规定的方法进行测定，试验中所用水为GB/T 6682规定的二级水。

7.12 重金属含量的测定

称取适量试样，精确至0.000 2 g，置于烧杯中，加入适量的水，待试样完全溶解，以下按照GB/T 23950或GB 5009.74 规定的方法进行测定，试验中所用水为GB/T 6682规定的二级水。

8 检验规则

8.1 型式检验和出厂检验应符合下列规定。

a) 第 6 章规定的所有指标项目为型式检验项目，除有下列情况之一时应进行型式检验外，正常情况下每 6 个月应至少进行一次型式检验：

- 更新关键设备和生产工艺；
- 主要原料有变化；
- 停产又恢复生产；
- 与上次型式检验有较大的差异；
- 合同规定。

b) 第 6 章规定的总碱量、氯化物含量、铁含量、硫酸盐含量、水不溶物、干燥减量、pH 值共 7 项指标为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 出厂检验时，应选取生产条件基本相同，同一天生产的同一级别的碳酸氢钠为一批。

8.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的上方斜插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀后，按四分法缩分至不少于 500 g，分装于 2 个清洁、干燥的具塞广口瓶或塑料袋中，密封。瓶或袋上粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、类别、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为实验室样品，另一份保存备查，保留时间由生产厂根据实际需要确定。

8.4 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法对检验结果进行判定。所有检验结果符合本文件要求，则该批产品合格。

8.5 检验结果如有指标不符合本文件要求时，应重新自 2 倍量的包装中采样进行复检，复检结果即使只有一项指标不符合本文件要求，则该批产品为不合格。

9 标志和随行文件

9.1 工业碳酸氢钠包装袋上应有牢固清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、等级、净含量、批号或生产日期、本文件编号和 GB/T 191—2008 中第 2 章规定的“怕晒”“怕雨”标志。

9.2 每批出厂的工业碳酸氢钠都应附有质量证明书，质量证明书内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、净含量、类别、等级、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 工业碳酸氢钠采用以下包装方式：

- a) 双层包装：外包装采用塑料编织袋，内包装采用塑料薄膜袋，每袋净含量 25 kg 或 50 kg；
- b) 单层包装：采用复合塑料薄膜袋，每袋净含量 25 kg 或 50 kg；
- c) 集装袋包装：采用集装袋包装；
- d) 根据客户要求协商确定包装形式及净含量。

- 10.2 工业碳酸氢钠内袋包装时将袋内空气排出，袋口用尼龙绳扎紧，或用与其相当的其他方式封口。外袋应牢固缝合或热合封口。
- 10.3 工业碳酸氢钠在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮，不应与酸性物质混运。
- 10.4 工业碳酸氢钠应贮存于阴凉、干燥处，防止雨淋、受潮、日晒、受热，不应与酸性物质混贮。
-