

前 言

本标准优等品等效采用日本工业标准 JIS K 1440:1956(1988 年确认)《碳酸氢钾》标准制定,达到国际先进水平。本标准与日本工业标准的主要技术差异如下:

1 日本工业标准技术指标只设一个等级,本标准根据我国国情设优等品、一等品、合格品三个等级。

2 日本工业标准设碳酸氢钾、水不溶物、氯化钾、硫酸钾、氧化物、钾六项指标,本标准根据我国碳酸氢钾产品的实际情况增设了 pH 值指标。

3 日本工业标准碳酸氢钾含量为 99%~102%,本标准由于规定了 pH 值指标,故主含量不设上限,订为不小于 99.0%。

本标准优等品其他各项指标除 pH 值外,与日本工业标准一致。

4 本标准的试验方法碳酸氢钾、氯化物、氧化铁、钾均采用国际通用方法,水不溶物、硫酸盐与日本工业标准一致。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准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、成都化工股份有限公司、常熟化工厂、山西钾盐厂、河北眺山化工厂、山东鲁南化肥厂负责起草。

本标准主要起草人:侯建、归向红、梁永祥、吴木志、刘虹珊、时洁。

本标准委托化学工业部无机盐产品标准化技术归口单位负责解释。

中华人民共和国化工行业标准

工业碳酸氢钾

HG/T 2828—1997

Potassium bicarbonate for industrial use

1 范围

本标准规定了工业碳酸氢钾的要求、采样、试验方法、标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于电解碳化法和离子交换法生产的碳酸氢钾,该产品主要用作化工原料,也可用于制药等。

分子式: KHCO_3

相对分子质量: 100.12(按 1993 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为本标准的条文。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(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 1587—1992 工业碳酸钾

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(eqv ISO 3696:1987)

GB/T 8946—1988 塑料编织袋

3 要求

3.1 外观:本品为白色晶体。

3.2 工业碳酸氢钾应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
总碱量(以 KHCO_3 计)(以干基计)/% \geq	99.0	98.0	96.0
水不溶物含量(以干基计)/% \leq	0.01	0.05	0.10
氯化物(以 KCl 计)含量(以干基计)/% \leq	0.02	0.10	0.20
硫酸盐(以 K_2SO_4 计)含量(以干基计)/% \leq	0.04	0.08	0.15
氧化铁(Fe_2O_3)含量(以干基计)/% \leq	0.001	0.004	0.010

中华人民共和国化学工业部 1997-02-04 批准

1997-10-01 实施

表 1(完)

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
钾(K)含量(以干基计)/% ≤	38.0	37.5	37.0
pH 值(100 g/L 溶液) ≤	8.6		
注：水分指标由供需双方协商解决。			

4 采样

4.1 每批产品不超过 60 t。

4.2 按 GB/T 6678 的 6.6 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中心斜插至料层的 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,另一瓶避光保存三个月备查。

4.3 试验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行核验,核验结果即使有一项指标不符合本标准的要求时,则整批产品为不合格。

5 试验方法

5.1 本标准中规定的所有七项指标项目为型式试验项目,其中碳酸氢钾、氯化物、硫酸盐、氧化铁、钾为常规试验项目,应逐批试验。在正常生产情况下,三个月至少进行一次型式试验。

5.2 采用 GB/T 1250 的 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

5.3 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 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。

5.4 碳酸氢钾含量的测定

5.4.1 方法提要

碳酸氢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,确定碳酸氢钾的含量。

5.4.2 试剂和材料

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

5.4.2.2 溴甲酚绿-甲基红指示液。

5.4.3 分析步骤

称取约 1.5 g 于 $60^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 、真空度 $8.00 \times 10^4 \text{ Pa} \sim 9.33 \times 10^4 \text{ Pa}$ 下干燥 1 h 后的试样(精确至 0.000 2 g)。置于 250 mL 烧杯中,用 50 mL 水溶解,加入 5 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变为暗红色。将溶液煮沸 2 min,冷却后,继续滴定暗红色,在 30 s 内不褪色即为终点。同时作空白试验。

5.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的碳酸氢钾(KHCO_3)含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V - V_0)c \times 0.1002}{m} \times 100$$

$$= \frac{10.02(V - V_0)c}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

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 ——盐酸标准滴定液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.100 2——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氢钾的质量。

5.4.5 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 0.3%。

5.5 水不溶物含量的测定

5.5.1 方法提要

试样溶于水后, 经过滤、洗涤、干燥后称量。

5.5.2 仪器、设备

5.5.2.1 玻璃砂坩埚: 滤板孔径 $5 \mu\text{m} \sim 15 \mu\text{m}$;

5.5.2.2 电烘箱: 控制温度 $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 。

5.5.3 分析步骤

称量 50.0 g 试样(精确至 0.1 g), 置于 400 mL 烧杯中, 加 300 mL 水并加热溶解, 用预先恒重的玻璃砂坩埚抽滤, 用热水洗涤至滤液呈中性(用 pH 试纸检验)。将玻璃砂坩埚置于 $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 烘箱中烘至恒重。

5.5.4 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_2 按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_2 - m_1}{m(1 - X_4)} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: m_1 ——玻璃砂坩埚质量, g;

m_2 ——残渣和玻璃砂坩埚质量, g;

X_4 ——按照本标准的 5.11 测得的水分, %;

m ——试料的质量, 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不大于 0.002%。

5.6 氯化物含量的测定

按 GB/T 1587 的 5.4 测定。

5.6.1 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优等品为不大于 0.003%, 一等品、合格品为不大于 0.02%。

5.7 硫酸盐含量的测定

优等品称取约 5 g 试样, 一等品、合格品称取约 2 g 试样(精确至 0.01 g), 按 GB/T 1587 的 5.5 测定。

5.8 铁含量的测定

优等品、一等品称取约 2 g 试样, 合格品称取约 1 g 试样(精确至 0.01 g), 按 GB/T 1587 的 5.6 测定。

5.8.1 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优等品、一等品不大于 0.000 5%, 合格品不大于 0.003%。

5.9 钾含量的测定(四苯硼钾重量法)

称取 1.2 g~1.25 g 于 $60^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 、真空度 $8.00 \times 10^4 \text{ Pa} \sim 9.33 \times 10^4 \text{ Pa}$ 下干燥 1 h 后的试样(精确

至 0.000 2 g)。以下按 GB/T 1587 的 5.1.2.4 进行测定。

5.9.1 分析结果的表述

以质量百分数表示的钾(K)含量(X_3)按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 \times 0.279\ 4}{m \times \frac{25}{500}} \times 100$$

$$= \frac{558.8m_1}{m} \dots\dots\dots(3)$$

式中: m_1 ——四苯硼钾沉淀的质量, g;

m ——试样的质量, g;

0.279 4——将四苯硼钾换算成碳酸氢钾的系数。

5.9.2 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%。

5.10 pH 值的测定

5.10.1 方法提要

用玻璃电极作为测量电极,甘汞电极作为参比电极,测定试验溶液的 pH 值。

5.10.2 试剂和材料

无二氧化碳的水。

5.10.3 仪器、设备

pH 计:分度值为 0.1pH 单位。配有饱和甘汞电极和玻璃电极。

5.10.4 分析步骤

将参比电极和测量电极与酸度计连接好,预热、调零、定位。

称取 10 g 试样(精确至 0.01 g),置于 100 mL 烧杯中,用无二氧化碳的水溶解,移入 100 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。倒入 100 mL 干燥的烧杯中,用 pH 计测定试验溶液的 pH 值。

5.10.5 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 0.1pH 单位。

5.11 水分的测定

5.11.1 方法提要

将试样在 $60^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 、真空度 $8.00 \times 10^4 \text{ Pa} \sim 9.33 \times 10^4 \text{ Pa}$ 下干燥 1 h,根据加热前后的减量确定水分。

5.11.2 仪器、设备

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

5.11.3 分析步骤

称取约 2 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于已恒重的称量瓶中,移入电热真空干燥箱内,在 $60^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 、真空度 $8.00 \times 10^4 \text{ Pa} \sim 9.33 \times 10^4 \text{ Pa}$ 下加热 1 h。取出放入干燥器中,冷却至室温,称量。

5.11.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水分(X_4)按式(4)计算:

$$X_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——称量瓶和试料加热前的质量, g;

m_2 ——称量瓶和试料加热后的质量, g;

m ——试料的质量, g。

5.11.5 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 标志、包装、运输、贮存

- 6.1 工业碳酸氢钾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、商标、等级、净重、批号或生产日期和本标准编号,以及 GB 191 中规定的“怕湿”标志。
- 6.2 每批出厂的工业碳酸氢钾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、等级、净重、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。
- 6.3 工业碳酸氢钾采用双层包装。内包装采用双层聚乙烯塑料薄膜袋,厚度为不小于 0.08 mm。外包装采用塑料编织袋,其性能和检验方法应符合 GB 8946 A 型或 B 型的规定。每袋净重为 25 kg 或 50 kg。
- 6.4 工业碳酸氢钾的包装,薄膜袋用维尼龙绳或其质量相当的绳两次扎紧,或用与其相当的其他方式封口;外袋在距袋边不小于 30 mm 处折边,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。针距 7 mm~12 mm,缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。
- 6.5 工业碳酸氢钾在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。
- 6.6 工业碳酸氢钾应贮存在阴凉、干燥处,防止雨淋和受潮。
-