ICS 71.060.40
G 11

中华人民共和国国家标准

GB/T 210.2—2004
代替 GB 210—1992

工业碳酸钠及其试验方法
第2部分:工业碳酸钠试验方法

Specification and determintion methods of sodium carbonate for industrial use—Part 2:Specification and determintion methods

2004-03-15 发布　　2004-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　言

《工业碳酸钠及其试验方法》国家标准分为两部分。

——第一部分:《工业碳酸钠》;

——第二部分:《工业碳酸钠试验方法》。

本部分为《工业碳酸钠及其试验方法》的第二部分。

本部分修改采用英国标准 BS 6070:1981《工业碳酸钠试验方法》(英文版)。并根据英国标准 BS 6070:1981《工业碳酸钠试验方法》重新起草。

考虑到我国国情,在采用英国标准时,本部分做了一些修改。有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。在附录 A 和附录 B 中给出了这些技术性差异和结构差异及其原因的一览表以供参考。

本部分与 GB 210.1 一同代替国家标准 GB 210—1992《工业碳酸钠》。

本部分与 GB 210—1992 相比技术内容变化如下。

——并列石棉纸铺制古氏坩埚测定水不溶物的方法,以酸洗石棉铺制古氏坩埚测定水不溶物的方法作为仲裁。

本部分的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本部分由原国家石油和化学工业局提出。

本部分由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC1)归口。

本部分起草单位:天津化工研究设计院、天津碱厂、大化集团有限责任公司、杭州龙山化工有限公司、山东海化股份有限公司纯碱厂、内蒙古蒙西联公司苏尼特分公司、湖北双环化工集团有限公司、四川自贡鸿鹤化工股份有限公司、青岛碱业股份有限公司、唐山三友集团有限公司、新疆哈密双合碱业有限公司。

本部分主要起草人:姚锦娟、刘幽若、吴洪发、姜密、王文琼、孙树香、马文元、包念汉、姚祖英、李超国、孙长江、查安丽。

本部分于 1963 年首次发布,1980 年、1989 年和 1992 年修订。

工业碳酸钠及其试验方法
第2部分:工业碳酸钠试验方法

1 范围

本标准规定了工业碳酸钠的试验方法。

本标准适用于以工业盐或天然碱为原料,由氨碱法、联碱法或其他方法制得的工业碳酸钠。该产品主要用于化工、玻璃、冶金、造纸、印染、合成洗涤剂、石油化工等工业。

分子式:Na_2CO_3

相对分子质量:105.99(按1999年国际相对原子质量)

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 3049—1986 化工产品中铁含量测定的通用方法 邻非啰啉分光光度法(neq ISO 6685:1982)

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/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696:1987)

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 试验方法

3.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

3.2 一般规定

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—1992中规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按HG/T 3696.1~HG/T 3696.3之规定制备。

3.3 总碱量的测定

3.3.1 方法提要

以溴甲酚绿-甲基红混合液为指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定总碱量。

3.3.2 试剂

3.3.2.1 盐酸标准滴定溶液:$c(HCl)$约1 mol/L;

3.3.2.2 溴甲酚绿-甲基红混合指示液。

3.3.3 分析步骤

3.3.3.1 总碱量(湿基计)的测定

称取约1.7 g试样,精确至0.000 2 g。置于锥形瓶中,用50 mL水溶解试料,加10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试验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。同时做空白试验。

3.3.3.2 **总碱量(干基计)的测定**

称取约 1.7 g 于(250～270)℃下加热至恒重的试样,精确至 0.000 2 g。置于锥形瓶中,用 50 mL 水溶解试料,加 10 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试验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。同时做空白试验。

3.3.4 **结果计算**

总碱量以碳酸钠(Na_2CO_3)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c(V-V_0)M/2}{m \times 1\,000} \times 100 = \frac{0.05c(V-V_0)M}{m} \quad \cdots\cdots(1)$$

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——滴定消耗盐酸标准滴定溶液(5.3.2.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液(5.3.2.1)的体积的数值,单位为毫升(mL);

m——试料的质量的数值,单位为克(g);

M——碳酸钠的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)(M=105.99)。

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 0.2%。

3.4 **氯化物含量的测定**

3.4.1 **汞量法**

3.4.1.1 **方法提要**

同 GB/T 3051—2000 第 2 章。

3.4.1.2 **试剂**

3.4.1.2.1 硝酸溶液:1+1;

3.4.1.2.2 硝酸溶液:1+7;

3.4.1.2.3 氢氧化钠溶液:40 g/L;

3.4.1.2.4 硝酸汞标准滴定溶液:$c(1/2Hg(NO_3)_2 \cdot H_2O)$约为 0.05 mol/L。

按 GB/T 3051—2000 第 4.9 配制并标定。

3.4.1.2.5 溴酚蓝指示液:1 g/L;

3.4.1.2.6 二苯偶氮碳酰肼指示液:5 g/L。

3.4.1.3 **仪器**

3.4.1.3.1 滴定管:分度值为 0.02 mL 或 0.05 mL。

3.4.1.4 **分析步骤**

3.4.1.4.1 **参比溶液的制备**

在 250 mL 锥形瓶中加入 40 mL 水和 2 滴溴酚蓝指示液。滴加硝酸溶液(3.4.1.2.2)至溶液由蓝色恰变为黄色,再过量(2～3)滴。加入 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为紫红色,记录所用硝酸汞标准滴定溶液的体积。此溶液在使用前制备。

3.4.1.4.2 **试样的测定**

称取约 2 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 锥形瓶中。加 40 mL 水溶解试料,加入 2 滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液(3.4.1.2.1)中和至溶液变黄后,滴加氢氧化钠溶液至试验溶液变蓝,再用硝酸溶液(3.4.1.2.2)调至溶液恰呈黄色再过量(2～3)滴。加入 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液,用硝酸汞标准滴定溶液滴定至溶液由黄色变为与参比溶液(3.4.1.4.1)相同的紫红色即为终点。

将滴定后的废液保存起来,按 GB/T 3051—2000 附录 D 规定进行处理。

3.4.1.5 **结果计算**

氯化物含量以氯化钠(NaCl)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{c(V-V_0)M/1\ 000}{m\times(100-W_0)/100}\times 100 = \frac{10c(V-V_0)M}{m(100-W_0)} \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：

c——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——滴定中消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_0——参比溶液制备中所消耗硝酸汞标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

m——试料的质量的数值，单位为克(g)；

W_0——按 5.8 测得的烧失量的质量分数的数值，以%表示；

M——氯化钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)(M=58.44)。

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%。

3.4.2 **电位滴定法**

3.4.2.1 **方法提要**

同 GB/T 3050—2000 第 2 章。

3.4.2.2 **试剂**

3.4.2.2.1 氯化钠基准溶液：c(NaCl)=0.05 mol/L。

称取 2.922 5 g 预先在(500～600)℃下干燥至恒重的基准氯化钠，精确至 0.000 2 g，置于烧杯中，加水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

3.4.2.2.2 硝酸银标准滴定溶液：$c(AgNO_3)$约 0.05 mol/L。

称取约 8.75 g 硝酸银，溶于 1 000 mL 水中，摇匀。溶液保存于棕色瓶中。

用移液管移取 5 mL 氯化钠基准溶液，置于 100 mL 烧杯中，放入电磁搅拌子，将烧杯置于电磁搅拌器上，开动搅拌器，加 2 滴溴酚蓝指示液(3.4.1.2.5)滴加硝酸溶液(3.4.1.2.1)至试验溶液恰呈黄色。

把测量电极和参比电极插入溶液中，将电极与电位计连接，调整电位计零点，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 Δ_1E 和 Δ_2E。Δ_1E 的最大值即为滴定的终点。终点后再记录一个电位值 E。记录格式见 GB/T 3050—2000 附录 C。

滴定至终点所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积 V 按公式(3)计算：

$$V = V_0 + \frac{b}{B}\times V_1 \quad \cdots\cdots(3)$$

式中：

V_0——电位增量值 Δ_1E 达最大值前所加入硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_1——电位增量值 Δ_1E 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)；

b——Δ_2E 最后一次正值；

B——Δ_2E 最后一次正值和第一次负值的绝对值之和(详见 GB/T 3050—2000 附录 C 的举例)。

硝酸银标准滴定溶液的浓度 c 的准确数值按公式(4)计算：

$$c = \frac{c_2V_2}{V} \quad \cdots\cdots(4)$$

式中：

c_2——氯化钠基准溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V_2——滴定时移取的氯化钠基准溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)；

V——滴定所消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升(mL)。

3.4.2.3 **仪器**

3.4.2.3.1 电位计；精度应不低于 10 mV/格，量程为(−500～+500) mV。

3.4.2.3.2 参比电极，双液接型饱和甘汞电极，内充饱和氯化钾溶液，滴定时外套管内盛饱和硝酸钾溶液和甘汞电极相连接。

3.4.2.3.3 测量电极：银电极或硫化银涂层的银电极（制备方法见 GB/T 3050—2000 附录 A）。

3.4.2.3.4 滴定管：分度值为 0.02 mL 或 0.05 mL。

3.4.2.4 分析步骤

称取适量试样（Ⅰ类 2 g，Ⅱ类 1 g），精确至 0.01 g。置于 100 mL 烧杯中，加入 40 mL 水溶解，以下操作按（3.4.2.2.2）条规定进行，自"放入电磁搅拌子"开始，到"终点后再继续记录一个电位值 E"止，但不再一次先加入 4.00 mL 硝酸银标准滴定溶液。

同时做空白试验。

3.4.2.5 结果计算

氯化物含量以氯化钠（NaCl）的质量分数 w_2 计，数值以%表示，按公式（5）计算：

$$w_2 = \frac{c(V-V_0)M/10^3}{m\times(100-w_0)/100}\times 100 = \frac{10c(V-V_0)M}{m(100-W_0)} \quad \cdots\cdots(5)$$

式中：

c——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——滴定中消耗硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

V_0——空白试验所消耗的硝酸银标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

m——试料的质量的数值，单位为克（g）；

w_0——按 5.8 测得的烧失量的质量分数的数值，以%表示；

M——氯化钠的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（M=58.44）。

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%。

3.5 铁含量的测定

3.5.1 方法提要

同 GB/T 3049—1986 第 2 章。

3.5.2 试剂

同 GB/T 3049—1986 第 3 章。

3.5.3 仪器

3.5.3.1 分光光度计：带有厚度为 3 cm 的吸收池。

3.5.4 分析步骤

3.5.4.1 工作曲线的绘制

按 GB/T 3049—1986 第 5.3 的规定，选用厚度为 3 cm 吸收池及其对应的铁标准溶液用量，绘制工作曲线。

3.5.4.2 试样的测定

称取 10 g 试样，精确至 0.01 g，置于烧杯中，加少量水润湿，滴加 35 mL 盐酸溶液（1+1），煮沸（3～5）min，冷却（必要时过滤），移入 250 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。

用移液管移取 50 mL（或 25 mL）试验溶液，置于 100 mL 烧杯中；另取 7 mL（或 3.5 mL）盐酸溶液（1+1）于另一烧杯中，用氨水（2+3）中和后，与试验溶液一并用氨水（1+9）和盐酸溶液（1+3）调节 pH 值为 2（用精密 pH 试纸检验）。分别移入 100 mL 容量瓶中，以下操作按 GB/T 3049—1986 第 5.3.2 条和第 5.3.3 条规定，选用 3 cm 吸收池，以水为参比，测定试验溶液和空白试验溶液的吸光度。

用试验溶液的吸光度减去空白试验溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的铁的质量。

3.5.5 结果计算

铁含量以铁（Fe）的质量分数 w_3 计，数值以%表示，按公式（6）计算：

$$w_3 = \frac{m_1}{m\times 10^3\times(100-w_0)/100}\times 100 = \frac{10m_1}{m(100-w_0)} \quad \cdots\cdots(6)$$

式中：

m_1——从工作曲线上查出的铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

m——移取试验溶液中所含试料的质量的数值，单位为克（g）；

w_0——按 5.8 测得的烧失量的质量分数，以%表示。

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 0.001%。

3.6 硫酸盐含量的测定

3.6.1 硫酸钡重量法 仲裁法

3.6.1.1 方法提要

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±25)℃下灼烧后称量。

3.6.1.2 试剂

3.6.1.2.1 氨水；

3.6.1.2.2 盐酸溶液：1+1；

3.6.1.2.3 氯化钡溶液：100 g/L；

3.6.1.2.4 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。

3.6.1.2.5 甲基橙指示液：1 g/L。

3.6.1.3 分析步骤

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±25)℃下恒重的瓷坩埚中，灰化后移入高温炉内，于(800±25)℃下灼烧至恒重。

3.6.1.4 结果计算

硫酸盐含量以硫酸根(SO_4)的质量分数 w_4 计，数值以%表示，按公式(7)计算：

$$w_4 = \frac{m_1 \times 0.411\,6}{m \times (100 - w_0)/100} \times 100 = \frac{4\,116 m_1}{m(100 - w_0)} \quad \cdots\cdots (7)$$

式中：

m_1——灼烧后硫酸钡的质量的数值，单位为克(g)；

m——试料的质量的数值，单位为克(g)；

w_0——按 5.8 测得的烧失量的质量分数的数值，以%表示；

0.411 6——硫酸钡换算为硫酸根的系数。

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 0.006%。

3.6.2 硫酸钡比浊法

3.6.2.1 方法提要

在微酸性介质中，用氯化钡沉淀硫酸根离子，与硫酸钡标准比浊液比较。

3.6.2.2 试剂

3.6.2.2.1 氯化钡溶液：250 g/L；

3.6.2.2.2 硫酸盐标准溶液：1 mL 含有 0.1 mg 硫酸根(SO_4)；

按 HG/T 3696.2 配制后准确稀释 10 倍。

3.6.2.2.3 酚酞指示液：10 g/L。

3.6.2.3 分析步骤

称取(1.00±0.01) g 试样，置于 250 mL 烧杯中，加 20 mL 水和 1 滴酚酞指示液，滴加盐酸溶液(3.6.1.2.2)至酚酞变色并过量 2 mL，煮沸 2 min，冷却(必要时过滤)，移入 50 mL 比色管中。

同时根据试料中的硫酸盐含量，分别取 3～4 份硫酸盐标准溶液，分别置于 50 mL 比色管中，每份

间隔相差 0.5 mL(根据试料中硫酸盐含量,可适当缩小或扩大间隔)。分别加入 20 mL 水、2 mL 盐酸溶液(3.6.1.2.2)。

在试料管及标准管中同时加入 10 mL 氯化钡溶液,加水至刻度,摇匀。置于(40～50)℃水浴中 20 min后比较标准管和试料管的浊度。

取与试料管浊度相当的标准管中的硫酸盐的量进行计算。当试料管浊度介于二支标准管浊度之间时,按两标准管中硫酸盐量的平均值进行计算。

3.6.2.4 结果计算

硫酸盐含量以硫酸根(SO_4)的质量分数 w_4 计,数值以%表示,按公式(8)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 \times 100}{m \times 10^3} = \frac{0.1 m_1}{m} \qquad \cdots\cdots(8)$$

式中:

m_1——与试料管浊度相当的标准管中硫酸盐(以 SO_4 计)的质量的数值,单位为毫克(mg);

m——试料的质量的数值,单位为克(g)。

3.7 水不溶物含量的测定

3.7.1 方法提要

将试料溶于(50±5)℃的水中,将不溶物过滤、洗涤、干燥并称量。

3.7.2 试剂和材料

3.7.2.1 酚酞指示液:10 g/L。

3.7.2.2 酸洗石棉:取适量酸洗石棉,浸泡于(1+3)盐酸溶液中,煮沸 20 min,用布氏漏斗过滤并洗涤至中性。再用 100 g/L 无水碳酸钠溶液浸泡并煮沸 20 min,用布氏漏斗过滤并洗涤至中性(用酚酞指示液检查)。以水调成糊状,备用。

3.7.2.3 石棉滤纸。

3.7.3 仪器

3.7.3.1 古氏坩埚:容量 30 mL。

3.7.4 坩埚的铺制

3.7.4.1 酸洗石棉法

将古氏坩埚置于抽滤瓶上,在筛板上下各匀铺一层酸洗石棉,边抽滤边用平头玻璃棒压紧,每层厚约 3 mm。用(50±5)℃水洗涤至滤液中不含石棉毛。将坩埚移入干燥箱内,于(110±5)℃下烘干后称量。重复洗涤、干燥至恒重。

3.7.4.2 试纸法

将古氏坩埚置于抽滤瓶上,在筛板下铺一层石棉滤纸,在筛板上铺两层石棉滤纸,边抽滤边用平头玻璃棒压紧。用(50±5)℃水洗涤滤纸。将坩埚移入干燥箱内,于(110±5)℃下烘干后称量。重复洗涤、干燥至恒重。

3.7.5 分析步骤

称取(20～40) g 试样,精确至 0.01 g,置于烧杯中,加入(200～400) mL 约 40℃的水溶解,维持试验溶液温度在(50±5)℃。用已恒重的古氏坩埚过滤,以(50±5)℃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现的颜色一致为止。将古氏坩埚连同不溶物一并移入干燥箱内,在(110±5)℃下干燥至恒重。

以酸洗石棉法为仲裁法。

3.7.6 结果计算

水不溶物的质量分数以 w_5 计,数值以%表示,按公式(9)计算:

$$w_5 = \frac{m_1}{m \times (100 - w_0)/100} \times 100 = \frac{m_1 \times 10^4}{m(100 - w_0)} \qquad \cdots\cdots(9)$$

式中:

m_1——水不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m——试料的质量的数值，单位为克(g)；

w_0——按 5.8 测得的烧失量的质量分数的数值，以%表示。

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 0.006%，合格品不大于 0.008%。

3.8 烧失量的测定

3.8.1 方法提要

试料在(250～270)℃下加热至恒重，加热时失去游离水和碳酸氢钠分解出的水和二氧化碳，计算烧失量。

3.8.2 仪器

3.8.2.1 称量瓶：ϕ30 mm×25 mm 或瓷坩埚：容积约 30 mL。

3.8.3 分析步骤

称取约 2 g 试样，精确至 0.000 2 g，置于(250～270)℃恒重的称量瓶或瓷坩埚内，移入烘箱或高温炉中，在(250～270)℃下加热至恒重。

3.8.4 结果计算

烧失量的质量分数以 w_0 计，数值以%表示，按公式(10)计算：

$$w_0 = \frac{m_1}{m} \times 100 \qquad \cdots\cdots(10)$$

式中：

m_1——试料加热时失去的质量的数值，单位为克(g)；

m——试料的质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.04%。

3.9 堆积密度的测定

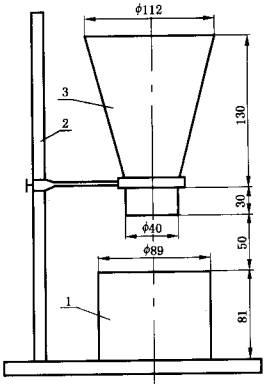
3.9.1 方法提要

一定量的试料通过圆锥形漏斗，进入一已知容积的圆柱形料罐中，测定装满料罐所需试料的质量。

3.9.2 仪器

3.9.2.1 堆积密度的测定装置如图 1 所示。

单位为毫米



1——料罐；

2——支架；

3——漏斗。

图 1 堆积密度测定装置图

3.9.2.2 料罐体积的测定：将料罐洗净、晾干，盖上玻璃片，称得料罐和玻璃片的质量，小心将水倒入料罐中，近满时用滴管加入水至全满，盖上玻璃片，用滤纸吸干料罐及玻璃片外部的水，玻璃片与料罐中水之间应无气泡。再称量料罐和玻璃片的质量。

料罐体积 V，数值以毫升(mL)表示，按公式(11)计算：

$$V = \frac{m_1 - m_2}{\rho_{水}} \qquad \cdots\cdots(11)$$

式中：

m_1——灌满水的料罐及玻璃片的质量的数值，单位为克(g)；

m_2——未灌水的料罐及玻璃片的质量的数值，单位为克(g)；

$\rho_{水}$——t℃时纯水密度的数值，单位为克每毫升(g/mL)，近似为 1 g/mL。

料罐体积每年至少校准一次。

3.9.3 **分析步骤**

按图 1 安装好堆积密度测定装置。称取料罐质量，精确至 1 g。关好漏斗下底，将试样自然倒满，用直尺刮去高出部分，放好已知质量的料罐，打开漏斗下底，使试料全部自动流入料罐中，用直尺刮去高出部分(刮平前勿移动料罐)，称量试料和料罐的质量，精确至 1 g。

3.9.4 **结果计算**

堆积密度以单位体积的质量 ρ 计，数值以克每毫升(g/mL)表示，按下列公式(12)计算：

$$\rho = \frac{m_1 - m_2}{V} \qquad \cdots\cdots(12)$$

式中：

m_1——料罐和试料的质量的数值，单位为克(g)；

m_2——料罐的质量的数值，单位为克(g)；

V——料罐的容积的数值，单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.02 g/mL；

3.10 **粒度的测定**

3.10.1 **仪器**

3.10.1.1 试验筛：$R40/3$ 系列，ϕ200 mm×50 mm/180 μm 和 ϕ200 mm×50 mm/1.18 mm，附有筛底及筛盖。

3.10.1.2 震筛机。

3.10.2 **分析步骤**

称取约 50 g 试样，精确至 0.1 g。放入装好筛底的试验筛中，盖好筛盖，手工水平震筛 2 min，每分钟振动 80 次，或以震筛机筛分 5 min，称取筛余物质量，精确至 0.1 g。

3.10.3 **结果计算**

筛余物的质量分数以 w_6 计，数值以%表示，按公式(13)计算：

$$w_6 = \frac{m_1}{m} \times 100 \qquad \cdots\cdots(13)$$

式中：

m_1——筛余物的质量的数值，单位为克(g)；

m——试料的质量的数值，单位为克(g)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值：180 μm 筛余物不大于 2%；1.18 mm 筛余物不大于 0.5%。

附 录 A
（资料性附录）
本部分与英国标准 BS 6070:1981 技术性差异及其原因

表 A.1 给出了本部分与英国标准 BS 6070:1981 技术性差异及其原因的一览表。

表 A.1 本部分与英国标准 BS 6070:1981 技术性差异及其原因

本部分的章条编号	技术性差异	原 因
3.3	英国标准以甲基橙为指示剂盐酸标准溶液滴定，本标准以甲基红-溴甲酚绿为指示剂盐酸标准溶液滴定。	甲基红-溴甲酚氯混合指示剂终点变色明显，且按基础标准标定盐酸标准滴定溶液时即使用该混合指示剂，为减小测量误差，故采用甲基红-溴甲酚绿为指示剂。
3.4	英国标准中仅采用汞量法测定，本标准中增加了电位滴定法，将两种方法并列。	汞量法和电位滴定法都是化工产品中氯化物测定的通用方法，两者等效。为便于各单位根据各自的具体情况选择使用，故将两种方法并列。
3.4	英国标准中称样量为 25 g，本标准采用 10 mL微量滴定管，称样量为 2 g 进行测定。	纯碱中氯化物为可溶性盐，分布较为均匀，为尽量减少汞废液的处理量，故减少取样量。
3.6	英国标准采用还原滴定法测定。本标准将硫酸钡重量法作为仲裁法，同时并列了硫酸钡目视比浊法。	还原滴定法测定操作较为麻烦。硫酸钡重量法是测定硫酸盐的经典方法，准确度较高，但该方法较为费时，分析一个结果需要一天以上的时间，不能满足生产厂出厂检验的需要，故同时并列了硫酸钡目视比浊法。
3.7	英国标准采用 G_4 玻璃坩埚过滤，本标准用石棉纸或酸洗石棉铺制古氏坩埚进行测定，并对指标值进行了校正。	因我国的玻璃砂坩埚无耐碱性，纯碱会腐蚀玻璃造成误差，常出现负值。故采用铺酸洗石棉或石棉纸的古氏坩埚测定，解决了腐蚀问题，以酸洗石棉法做为仲裁法。
3.8	英国标准无此测定方法。本标准采用重量法测定。	本标准各项杂质指标均采用干基计，计算时均需使用烧失量，故本标准给出其试验方法。
3.10	英国标准无此测定方法。本标准规定机筛或手筛均可，机筛规定了筛分时间，手筛规定了时间和频率。	等同现行标准的方法。
	英国标准规定了铜的质量分数指标为不大于 0.000 4%，试验方法为分光光度法。本标准取消了该项指标。	实测表明我国各生产厂产品中铜的质量分数均远小于 0.000 4%，生产工艺中无铜带入，且用户对该指标从无要求，故对铜含量不做规定。

附 录 B
（资料性附录）
本部分与英国标准 BS 6070：1981 章条编号对照

表 B.1 给出了本部分与英国标准 BS 6070：1981 章条编号对照一览表。

表 B.1 本部分与英国标准 BS 6070：1981 章条编号对照

本部分章条编号	英国标准章条编号
3.3	BS 6070 Part 1
3.4	BS 6070 Part 2
3.5	
3.6	BS 6070 Part 5
3.7	BS 6070 Part 4
3.8	
3.9	BS 6070 Part 6
3.10	