

宁波市石油和化工行业协会标准

T/NPCA XXXX—2023

粗制碳酸钠

Crude sodium carbonate

（征求意见稿）

2023 - XX - XX发布

2023- XX - XX实施

宁波市石油和化工行业协会

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。

本文件由宁波市石油和化工行业协会提出。

本文件由宁波市石油和化工行业协会归口。

本文件起草单位： 宁波镇海炼化利安德巴赛尔新材料有限公司

本文件起草参与单位：

本文件主要起草人：

粗制碳酸钠

警示——本文件并不旨在说明与其使用有关的所有安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并应符合国家有关法规的规定。

1 范围

本文件规定了粗制碳酸钠的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存等。

本文件适用于由碱性工业废水焚烧处理而制得的粗制碳酸钠,可用于印染行业或焚烧炉尾气脱硫、脱硝,以及水质中和、除硬等,不适用于食品行业。

分子式: Na_2CO_3

相对分子量: 105.99 (按 2022 年国际相对原子质量)

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 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂和制品的制备

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

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 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 10454 集装袋

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 要求

4.1 外观：白色结晶或粉末。

4.2 粗制碳酸钠的技术要求应符合表 1 规定。

表1 技术要求

序号	项 目	指 标
1	总碱量（以 Na_2CO_3 计，以干基计），wt%	≥ 94.0
2	氯化钠（以 NaCl 计，以干基计）， wt%	≤ 2.0
3	硫酸盐（以 SO_4 计，以干基计）， wt%	≤ 0.5
4	铁（Fe，以干基计）， wt%	≤ 0.008
5	水不溶物， wt%	≤ 2.0

5 试验方法

5.1 一般规定

本文件所用的试剂和水，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。

分析中所用标准滴定溶液、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 的规定制备。

5.2 外观的测定

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判断外观。

5.3 总碱量（以 Na_2CO_3 计，以干基计）的测定

5.3.1 方法提要

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。

5.3.2 试剂

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

5.3.2.2 溴甲酚绿-甲基红指示液。

5.3.3 试验步骤

称取约 1.7g 已于 270~300℃加热至恒重的试样，精确到 0.0002g，置于锥形瓶中，用 50ml 水溶解，加 6~10 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 2min，冷却后继续滴定至暗红色为终点。

同时做空白试验。

5.3.4 试验数据处理

总碱量以碳酸钠 (Na_2CO_3) 的质量分数 w_1 计,按下式 (1) 计算:

$$w_1 = \frac{(V_1 - V_0)cM \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad (1)$$

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 ——滴定试样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 ——碳酸钠($1/2\text{Na}_2\text{CO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔 (g/mol), $M=52.99$;

m ——试样质量的数值,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应大于 0.2%。

5.4 氯化钠 (以 NaCl 计,以干基计) 的测定

5.4.1 方法提要

在酸性的水溶液中,以银 (银-硫化银) 电极为测量电极,甘汞电极为参比电极,用硝酸银标准滴定溶液滴定,借助于电位突跃取得其反应终点。

5.4.2 试剂或材料

5.4.2.1 硝酸溶液: 1+1。

5.4.2.2 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.05 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.3 溴酚蓝指示液: 1 g/L 乙醇溶液。

5.4.3 仪器设备

5.4.3.1 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。

5.4.3.2 电磁搅拌器: 配有磁力搅拌子。

5.4.3.3 微量滴定管: 分度值为 0.02 ml 或 0.01ml。

5.4.4 试验步骤

称取约 1g 已于 270~300℃加热至恒重的试样,精确到 0.01g,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。或用自动电位滴定仪进行滴定。

同时做空白试验。

5.4.5 试验数据处理

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

$$w_2 = \frac{(V_2 - V_3) \times c_1 \times M \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad (2)$$

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_2 ——滴定试样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_3 ——滴定空白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);

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

m ——试样质量的数值, 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应大于 0.02%。

5.5 硫酸盐的测定

5.5.1 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。

5.5.2 试剂或材料

5.5.2.1 氯化钡溶液: 100g/L。

5.5.2.2 硫酸盐标准滴定溶液: 1ml 含有 0.1mg 硫酸根。

5.5.2.3 盐酸溶液: 1+1

5.5.2.4 酚酞指示液: 10 g/L 乙醇溶液。

5.5.3 试验步骤

试样管: 称取 1g 已于 270~300℃加热至恒重的试样, 精确到 0.01g, 置于 250ml 烧杯中, 加 20ml 水和 1 滴酚酞指示液, 滴加盐酸溶液至溶液变色并过量 2ml, 煮沸 2min, 冷却至室温 (必要时过滤), 移入 50ml 比色管中。

标准管: 同时根据试样中硫酸盐含量, 分别取 3~4 份硫酸盐标准溶液, 分别置于 50ml 比色管中, 根据试样中硫酸盐含量, 可适当缩小或扩大硫酸盐标准溶液的取样量。分别加入 20ml 水和 2ml 盐酸溶液。

在试样管和标准管中同时加入 5ml 氯化钡溶液, 加水至刻度, 摇匀。置于 40~50℃水浴中放置 20min, 然后从轴向比较标准管和试样管的浊度。取与试样管浊度相当的标准管中的硫酸盐的量进行计算。当试样管浊度介于两支标准管浊度之间时, 按两支标准管中硫酸盐量的平均值进行计算。

5.5.4 试验数据处理

硫酸盐含量以硫酸根 (SO_4) 的质量分数 w_3 计, 按公式 (3) 计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

m_1 ——与试样管浊度相当的标准管中硫酸盐(以 SO_4 计)的准确数值, 单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值, 单位为克(g)。

5.6 铁的测定

按 GB/T 3049 的规定进行测定。

5.7 水不溶物的测定

5.7.1 方法提要

试样溶于 40℃ 的水中, 将不溶物经过滤、洗涤、干燥后称量。

5.7.2 试剂或材料

酚酞指示液: 10g/L 乙醇溶液。

5.7.3 仪器设备

5.7.3.1 膜式过滤装置: 1000ml。

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

5.7.3.3 电热恒温干燥箱: 110℃ $\pm$ 5℃。

5.7.4 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℃ $\pm$ 5℃干燥至恒重, 精确至 0.1mg。

称取 20~40g 已于 270~300℃加热至恒重的试样, 精确至 0.01g, 置于烧杯中, 用约 200~400ml 水(约 40℃)溶解, 维持试验溶液温度在 50℃ $\pm$ 5℃。将微孔过滤膜与膜式过滤装置组装在一起, 过滤试样溶液。用 50℃ $\pm$ 5℃水洗涤不溶物, 直至在 20ml 洗涤液与 20ml 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℃ $\pm$ 5℃的电热恒温干燥箱中干燥至恒重。

5.7.5 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数 w_4 计, 按公式 (4) 计算:

$$w_4 = \frac{m_2 - m_3}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (4)$$

式中:

m_2 ——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_3 ——干燥的称量瓶和微孔过滤膜质量的数值，单位为克（g）；

m ——试样质量的数值，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应大于 0.008%。

6 检验规则

6.1 检验分为出厂检验和型式检验。

6.1.1 出厂检验项目为外观和表 1 中的总碱量、氯化钠、硫酸盐和水不溶物，应逐批进行检验。

6.1.2 型式检验项目为外观和表 1 中的所有项目，在正常生产的情况下，每六个月应至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，也应进行型式检验。

- a) 更新关键生产工艺；
- b) 主要原料有变化；
- c) 停产后，重新恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异；
- e) 合同规定。

6.2 在原材料、工艺不变的条件下，产品连续生产的实际批为一个组批，但若干个生产批构成一个检验批的时间通常不超过一周。

6.3 采样按 GB/T 6678 和 GB/T 6679 的规定进行，所采试样总量不得少于 1kg。将样品充分混匀后，分装于两个清洁、干燥、带磨口塞的 500ml 玻璃瓶中，贴上标签并注明：产品名称、批号、采样日期、采样人姓名。一瓶供分析检验用，另一瓶保存备查。

6.4 检验结果的判定按 GB/T 8170 中修约值比较法进行。检验结果中如有一项指标不符合本文件的要求时，袋装产品应重新自两倍量的包装单元中采样进行检验。重新检验的结果即使只有一项指标不符合本文件的要求，则整批产品为不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

7.1.1 产品包装容器上应有清晰的标志，标明生产厂名、厂址、产品名称、批号或生产日期、净含量、本文件编号以及符合 GB/T 191 规定的“怕雨”、“防潮”标志。

7.1.2 生产厂应保证每批出厂产品都符合本文件的要求，并附有一定格式的质量证明书，内容包括：生产厂名和厂址、产品名称、批号或生产日期、产品质量符合本文件的证明及本文件编号。

7.2 包装

粗制碳酸钠应使用符合 GB/T 10454 规定的集装袋包装。包装内袋上下端捆扎牢固或用其他相当的方式封口，外袋应牢固无脱线、破损现象。

7.3 运输

粗制碳酸钠在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋，受潮。运输工具应清洁、干燥，尽量采用集装托盘装卸和运输，不得与酸类混运。

7.4 贮存

粗制碳酸钠应贮存在通风、干燥、无污染的库房内。防止雨淋、受潮，不得与酸混贮。
