



中华人民共和国国家标准

GB/T 1919—2023

代替 GB/T 1919—2014

工业氢氧化钾

Potassium hydroxide for industrial use

2023-09-07 发布

2024-04-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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。

本文件代替 GB/T 1919—2014《工业氢氧化钾》，与 GB/T 1919—2014 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 删除了隔膜法生产的工业氢氧化钾 GM 类(见 2014 年版的第 4 章)；
- b) 更改了固体Ⅲ型规格(见第 5 章,2014 年版的第 4 章)；
- c) 更改了铁(Fe)、碳酸钾(K_2CO_3)、氯化物(以 Cl 计)指标(见 6.2,2014 年版的 5.2)；
- d) 增加了镍(Ni)、重金属(以 Pb 计)项目、指标及试验方法(见 6.2、7.9、7.10)；
- e) 删除了硫酸盐(以 SO_4 计)项目、指标及试验方法(见 2014 年版的 5.2、6.5)；
- f) 增加了氯化物含量测定电位滴定法,并设为仲裁法(见 7.4.1)；
- g) 删除“安全”一章(见 2014 年版的第 10 章)。

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(SAC/TC 63)归口。

本文件起草单位：优利德(江苏)化工有限公司、江苏奥喜埃化工有限公司、国投新疆罗布泊钾盐有限责任公司、华融化学股份有限公司、内蒙古瑞达泰丰化工有限责任公司、中海油天津化工研究设计院有限公司。

本文件主要起草人：杨哲生、徐正群、董广峰、陈太辉、封海林、弓创周、孔庆伟、祝娟、魏红珍、罗学辉、史俊毅、黄理学、丁灵、安晓英、李敬芳。

本文件于 1994 年首次发布,2000 年第一次修订,2014 年第二次修订,本次为第三次修订。

工业氢氧化钾

警告:根据 GB 12268—2012 中第 6 章的规定,本产品属第 8 类腐蚀性物质,接触时,应注意安全。使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了工业氢氧化钾的分型、要求、试验方法、检验规则、标志、标签和随行文件、包装、运输和贮存。

本文件适用于工业氢氧化钾。

注:该产品主要用于化工、电池、医药、轻工、染料、纺织、冶金等行业,用作化工生产、碱性蓄电池、医药中间体、钾肥皂、化妆品(如冷霜、雪花膏和洗发膏)、还原染料、人造纤维和聚酯纤维、冶金加热剂、皮革脱脂等的原料。

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 190 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 325.2 包装容器 钢桶 第 2 部分:最小总容量 208 L、210 L 和 216.5 L 全开口钢桶

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/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 12463 危险货物运输包装通用技术条件

GB 18191 包装容器 危险品包装用塑料桶

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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第 3 部分:试剂及制品的制备

关于危险货物运输的建议书 规章范本(联合国,2019 年第 21 版)

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:KOH。

相对分子质量:56.11(按 2022 年国际相对原子质量)。

5 分型

工业氢氧化钾有固体和液体两种形态,分型情况如下:

——固体分为三种型号, I 型(95%规格)、II 型(90%规格)、III 型(85%规格);

——液体分为两种型号, I 型(48%规格)、II 型(45%规格)。

6 要求

6.1 外观:固体为白色片状、粉状或块状;液体为无色透明溶液。

6.2 工业氢氧化钾化学成分含量应符合表 1 的规定。

表 1

项目	指标					
	固体			液体		
	I 型	II 型	III 型	I 型	II 型	
氢氧化钾(KOH) $w/\%$	\geq	95.0	90.0	85.0	48.0	45.0
碳酸钾(K_2CO_3) $w/\%$	\leq	0.5			0.5	
氯化物(以 Cl 计) $w/\%$	\leq	0.01			0.005	
硝酸盐及亚硝酸盐(以 N 计) $w/\%$	\leq	0.001			—	
铁(Fe) $w/\%$	\leq	0.000 5			0.000 3	
钠(Na) $w/\%$	\leq	1.0			0.5	
镍(Ni) $w/\%$	\leq	0.001			0.000 5	
重金属(以 Pb 计) $w/\%$	\leq	0.001			0.000 5	

7 试验方法

7.1 一般规定

本文件所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682—2008 中表 1 规定

的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、杂质标准溶液、试剂及制品,在没有注明其他规定时,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,工业氢氧化钾固体于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法检验外观;工业氢氧化钾液体置于比色管中,于黑色衬底下垂直观察检验外观。

7.3 氢氧化钾和碳酸钾含量的测定

7.3.1 酸碱滴定法(仲裁法)

7.3.1.1 原理

氯化钡与试液中的碳酸钾生成碳酸钡沉淀。以酚酞为指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定氢氧化钾。再加过量的盐酸标准滴定溶液,与碳酸盐反应,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定剩余的盐酸标准滴定溶液。通过计算得出氢氧化钾的含量和碳酸钾的含量。

7.3.1.2 试剂或材料

7.3.1.2.1 氯化钡溶液:100 g/L,使用前加入酚酞指示液(10 g/L),用0.1 mol/L氢氧化钠溶液调节至变粉红色。

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

7.3.1.2.3 盐酸标准滴定溶液 II : $c(\text{HCl}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

7.3.1.2.4 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

7.3.1.2.5 无二氧化碳的水。

7.3.1.2.6 酚酞指示液(10 g/L)。

7.3.1.3 试验步骤

7.3.1.3.1 试验溶液 A 的制备

用称量瓶迅速称取约40 g(固体)或80 g(液体)试样,精确至0.01 g,置于250 mL烧杯中,加适量无二氧化碳的水溶解,冷却至室温后,全部转移至1 000 mL容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。立即置于1 000 mL清洁干燥的塑料瓶中保存。此溶液为试验溶液 A,用于氢氧化钾含量、碳酸钾含量、氯化物含量、铁含量、钠含量的测定。

7.3.1.3.2 试验

用移液管移取50 mL试验溶液 A,置于250 mL锥形瓶中,加10 mL氯化钡溶液,快速摇匀,加2滴~3滴酚酞指示液(10 g/L),迅速用盐酸标准滴定溶液 I 滴定至溶液无色,消耗盐酸标准滴定溶液的体积为 V_1 ;用移液管移取10 mL(V_2)盐酸标准滴定溶液 II,置于此溶液中,快速摇匀,再用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至淡粉色,消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积为 V_3 。

7.3.1.4 试验数据处理

氢氧化钾含量以氢氧化钾(KOH)的质量分数 w_1 计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{V_1 c_1 M_1 \times 10^{-3}}{m \times (50/1\ 000)} \times 100\% - 2.440\ 6 w_5 \quad \dots\dots\dots(1)$$

碳酸钾含量以碳酸钾(K_2CO_3)的质量分数 w_2 计,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{(V_2 c_2 - V_3 c_3) M_2 \times 10^{-3}}{m \times (50/1\ 000)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- V_1 —— 滴定试验溶液 A 消耗盐酸标准滴定溶液 I 体积的数值,单位为毫升(mL);
- c_1 —— 盐酸标准滴定溶液 I 浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- M_1 —— 氢氧化钾(KOH)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=56.11$);
- m —— 试样质量的数值,单位为克(g);
- w_5 —— 由 7.7 或 7.8 测得钠的质量分数;
- V_2 —— 准确移取盐酸标准滴定溶液 II 体积的数值,单位为毫升(mL);
- c_2 —— 盐酸标准滴定溶液 II 浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_3 —— 滴定试验溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- c_3 —— 氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- M_2 —— 碳酸钾($1/2K_2CO_3$)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=69.11$);
- 2.440 6 —— 钠(Na)换算为氢氧化钾的系数。

取两次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氢氧化钾为不大于 0.3%,碳酸钾为不大于 0.1%。

7.3.2 四苯硼钠重量法

7.3.2.1 原理

在弱酸性条件下,钾离子与四苯硼钠生成四苯硼钾沉淀。过滤、烘干、称量,通过计算得出氢氧化钾含量。

7.3.2.2 试剂或材料

- 7.3.2.2.1 无水乙醇。
- 7.3.2.2.2 乙酸溶液:100 g/L。
- 7.3.2.2.3 四苯硼钠乙醇溶液。
- 7.3.2.2.4 四苯硼钾乙醇饱和溶液。
- 7.3.2.2.5 无二氧化碳的水。
- 7.3.2.2.6 甲基红指示液(1 g/L)。

7.3.2.3 仪器设备

- 7.3.2.3.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。
- 7.3.2.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $120\ \text{℃}\pm 2\ \text{℃}$ 。

7.3.2.4 试验步骤

用移液管移取 20 mL 试验溶液 A(见 7.3.1.3.1),置于 500 mL 容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀,必要时干过滤。用移液管移取 20 mL 此溶液,置于 100 mL 烧杯中,加 1 滴甲基红指示液(1 g/L),用乙酸溶液调至微红色。加热至 $40\ \text{℃}$,取下,缓慢搅拌下逐滴加入 8 mL~9 mL 四苯硼钠乙醇溶液,控制滴加时长约 5 min,放置 10 min。用预先在 $120\ \text{℃}\pm 2\ \text{℃}$ 下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用 40 mL~50 mL 四苯硼钾乙醇饱和溶液洗涤沉淀,每次 5 mL,抽干,循环操作。再用 2 mL 无

水乙醇洗一次,过滤抽干,将玻璃砂坩埚置于 120 °C±2 °C 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

7.3.2.5 试验数据的处理

氢氧化钾含量以氢氧化钾(KOH)的质量分数 w_1 计,按公式(3)计算:

$$w_1 = \frac{m_1 \times 0.1566}{m \times (20/1000) \times (20/500)} \times 100\% - (0.8119 w_2 + 1.5828 \times w_3) \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- m_1 —— 四苯硼钾质量的数值,单位为克(g);
- m —— 试样(见 7.3.1.3.1)质量的数值,单位为克(g);
- w_2 —— 由 7.3.1 测得的碳酸钾的质量分数;
- w_3 —— 由 7.4 测得的氯化物的质量分数;
- 0.1566 —— 四苯硼钾换算为氢氧化钾的系数;
- 0.8119 —— 碳酸钾换算为氢氧化钾的系数;
- 1.5828 —— 氯换算为氢氧化钾的系数。

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 0.3%。

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

同 GB/T 3050—2000 中第 3 章。

7.4.1.2 试剂或材料

同 GB/T 3050—2000 中第 4 章。

7.4.1.3 仪器设备

同 GB/T 3050—2000 中第 5 章。

7.4.1.4 试验步骤

用移液管移取 10 mL 试验溶液 A(见 7.3.1.3.1),置于 100 mL 烧杯中,加 1 滴溴酚蓝指示液,用硝酸溶液调节溶液呈黄色。加 1 mL 氯化钾标准溶液 [$c(\text{KCl})=0.005 \text{ mol/L}$],再加 30 mL 乙醇(95%)。放入电磁搅拌子,将烧杯放于电磁搅拌器上,开启电磁搅拌器,把测量电极与参比电极插入溶液中,连接电位计接线,调整电位计零点,记录起始电位值。每次加入 0.05 mL 硝酸银标准滴定溶液 [$c(\text{AgNO}_3)=0.005 \text{ mol/L}$],记录每次加入硝酸银标准滴定溶液后的总体积及相对应的电位值 E ,计算出连续增加的电位值 ΔE_1 之间的差值 ΔE_2 。 ΔE_1 的最大值即为滴定的终点,终点以后再继续记录一个电位值 E 。滴定试验溶液消耗硝酸银标准滴定溶液的体积按照 GB/T 3050—2000 中式(1)计算。

同时同样做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

7.4.1.5 试验数据的处理

氯化物含量以氯化物(以 Cl 计)的质量分数 w_3 计,按公式(4)计算:

$$w_3 = \frac{(V_4 - V_5) c_4 M_3 \times 10^{-3}}{m \times (10/1\ 000)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中：

V_4 ——滴定试验溶液消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_5 ——滴定空白试验溶液消耗硝酸银标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

c_4 ——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)；

M_3 ——氯(Cl)摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)；

m ——试样(见 7.3.1.3.1)质量的数值，单位为克(g)。

取两次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算术平均值的 10%。

7.4.2 汞量法

7.4.2.1 原理

同 GB/T 3051—2000 中第 3 章。

7.4.2.2 试剂或材料

同 GB/T 3051—2000 中第 4 章。

7.4.2.3 仪器设备

同 GB/T 3051—2000 中第 5 章。

7.4.2.4 试验步骤

用移液管移取 20 mL 试验溶液 A(见 7.3.1.3.1)，置于 250 mL 锥形瓶中，加水至约 100 mL、3 滴溴酚蓝指示液(0.4 g/L)，滴加硝酸溶液(1+1)至试验溶液呈黄色，再用氢氧化钠溶液调至恰呈蓝色后，滴加硝酸溶液(1+15)至黄色，过量 2 滴，加 1 mL 二苯偶氮碳酰肼指示液(0.25 g/L)，用 0.02 mol/L 硝酸汞标准滴定溶液滴定至与空白试验溶液相同的紫红色。

同时同样做空白试验，空白试验溶液除不加试样外，其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

注：将滴定后的含汞废液收集保留，参照 GB/T 3051—2000 中附录 D 进行处理。

7.4.2.5 试验数据的处理

氯化物含量以氯化物(以 Cl 计)的质量分数 w_3 计，按公式(5)计算：

$$w_3 = \frac{(V_6 - V_7) c_5 M_4 \times 10^{-3}}{m \times (20/1\ 000)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中：

V_6 ——滴定试验溶液消耗硝酸汞标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_7 ——滴定空白试验溶液消耗硝酸汞标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

c_5 ——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)；

M_4 ——氯(Cl)摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)；

m ——试样(见 7.3.1.3.1)质量的数值，单位为克(g)。

取两次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算术平均值的 10%。

7.4.3 限量比浊法

7.4.3.1 原理

在硝酸介质中,氯离子与银离子生成难溶的氯化银。当氯离子含量较低时,在一定时间内氯化银呈悬浮体,使溶液浑浊,可用于氯化物的目视比浊法测定。

7.4.3.2 试剂或材料

7.4.3.2.1 硝酸溶液:1+3。

7.4.3.2.2 硝酸银溶液(17 g/L)。

7.4.3.2.3 氯标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.01 mg,移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯标准储备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

7.4.3.3 试验步骤

称取 1.00 g±0.01 g 试样,置于 50 mL 比色管中,加 20 mL 水溶解,用硝酸溶液中和至 pH 约为 7,再加 1 mL 硝酸溶液、1 mL 硝酸银溶液(17 g/L),加水至刻度,摇匀,于暗处放置 10 min。

标准比浊溶液是准确移取要求量氯标准溶液,固体产品 10.00 mL,液体产品为 5.00 mL,与试样同时同样处理。

在自然光下,将试验溶液比色管和标准比浊溶液比色管置于同一黑色背景上,自上向下观察。

试验溶液所产生的浊度大于标准比浊溶液,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。

7.5 硝酸盐及亚硝酸盐含量的测定

7.5.1 原理

在碱性条件下,试验溶液中的硝酸盐和亚硝酸盐与定氮合金反应生成氨气,经蒸馏用硫酸溶液吸收,与纳氏试剂生成红色络合物,与同法处理的氮(N)标准比色溶液进行比较。

7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 定氮合金。

7.5.2.2 硫酸溶液:1+333。

7.5.2.3 无氨的氢氧化钠溶液:250 g/L。

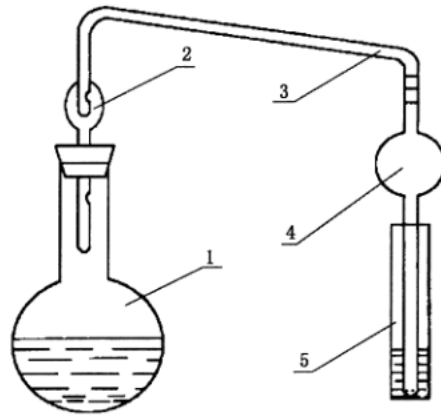
7.5.2.4 氮标准溶液:1 mL 溶液含氮(N)0.01 mg,移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氮标准储备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

7.5.2.5 无氨的水。

7.5.2.6 纳氏试剂。

7.5.3 仪器设备

定氮蒸馏装置:如图 1 所示。也可使用具有同样效果的其他蒸馏装置。



标引序号说明：

1——蒸馏瓶(250 mL)；

2——气液分离器；

3——导管；

4——带有缓冲球的氨吸收管(插入比色管底部的管端处有6个直径1 mm的小孔,均匀分布)；

5——比色管(100 mL)。

图 1 定氮蒸馏装置

7.5.4 试验步骤

称取 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于蒸馏瓶中,加 70 mL 无氨的水,摇匀。加 1 g 定氮合金,迅速将蒸馏装置连接好,加热蒸馏。用装有 2 mL 硫酸溶液和 25 mL 无氨的水的比色管(100 mL)接收馏出液约 40 mL,取出导管,停止加热。用少量水冲洗导管,洗液收集于比色管中。加 1 mL 无氨氢氧化钠溶液和 2 mL 纳氏试剂,用无氨的水稀释至刻度,摇匀。所呈红色不应深于氮(N)标准比色溶液。

标准比色溶液是准确移取 2.00 mL 氮(N)标准溶液,置于蒸馏瓶中,加 65 mL 无氨的水、5 mL 无氨的氢氧化钠溶液摇匀。其余与试样同时同样处理。

试验溶液所呈红色深于标准比色溶液,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。

7.6 铁含量的测定

7.6.1 1,10-菲啰啉分光光度法(仲裁法)

7.6.1.1 原理

同 GB/T 3049—2006 中第 3 章。

7.6.1.2 试剂或材料

同 GB/T 3049—2006 中第 4 章。

7.6.1.3 仪器设备

分光光度计:带有厚度为 4 cm 或 5 cm 的比色皿。

7.6.1.4 试验步骤

7.6.1.4.1 标准曲线的绘制

按 GB/T 3049—2006 中 6.3 的规定,使用 4 cm 或 5 cm 比色皿,以每 100 mL 含铁(Fe)量在 0.01 mg~0.1 mg 区间的质量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

7.6.1.4.2 试验

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解。加水至 60 mL,用氨水溶液(85 g/L)或盐酸溶液(180 g/L)调整 pH 为 2,用精密试纸检查 pH。将试液定量转移至 100 mL 的容量瓶内,加 1 mL 抗坏血酸溶液(100 g/L),然后加 20 mL 缓冲溶液(pH=4.5)和 10 mL 1,10-菲啰啉溶液(1 g/L),用水稀释至刻度,摇匀。放置不少于 15 min。

同时同样做空白试验,空白试验溶液除不加试样外,其他加入试剂的种类和量与试验溶液相同。

7.6.1.5 试验数据的处理

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_4 计,按公式(6)计算:

$$w_4 = \frac{(m_2 - m_3) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

m_2 ——从标准曲线上查出试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m_3 ——从标准曲线上查出空白试验溶液中铁的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

取两次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算术平均值的 10%。

7.6.2 电感耦合等离子体原子发射光谱法

按 7.8 规定的方法进行测定。

7.7 钠含量的测定

7.7.1 原子吸收分光光度法(仲裁法)

7.7.1.1 原理

在酸性条件下,采用标准曲线法,用空气-乙炔火焰于原子吸收分光光度计上,推荐波长 589.0 nm 处,测定钠含量。

7.7.1.2 试剂或材料

7.7.1.2.1 盐酸溶液:1+5,用优级纯试剂配制。

7.7.1.2.2 氯化钾溶液:5 g/L,用优级纯试剂配制。

7.7.1.2.3 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)0.1 mg,移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准贮备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.7.1.2.4 甲基橙指示液(1 g/L)。

7.7.1.2.5 水:符合 GB/T 6682—2008 中表 1 规定的二级水。

7.7.1.3 仪器设备

原子吸收分光光度计。

7.7.1.4 试验步骤

7.7.1.4.1 标准曲线的绘制

移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 钠标准溶液，分别置于 6 个 100 mL 容量瓶中，各加 5 mL 盐酸溶液、10 mL 氯化钾溶液，用水稀释至刻度，摇匀。将原子吸收分光光度计调至最佳工作条件，以标准空白溶液调零，于推荐波长 589.0 nm 处，测定标准溶液的发射强度。以钠质量 (mg) 为横坐标，对应的发射强度为纵坐标，绘制标准曲线。

7.7.1.4.2 试验

用移液管移取 10 mL 试验溶液 A(见 7.3.1.3.1)，置于 100 mL 容量瓶中，加水溶解，用水稀释至刻度，摇匀。再用移液管移取 10 mL 此溶液置于 100 mL 容量瓶中，各加 20 mL 水、2 滴甲基橙指示液 (1 g/L)。滴加盐酸溶液至溶液由黄色变为橙色，再过量 5 mL，用水稀释至刻度，摇匀。在原子吸收分光光度计上测定试验溶液的发射强度，根据测得的发射强度，从标准曲线上查出相应的钠的质量。

7.7.1.5 试验数据处理

钠含量以钠 (Na) 质量分数 w_5 计，按公式 (7) 计算：

$$w_5 = \frac{m_4 \times 10^{-3}}{m \times (10/1\ 000) \times (10/100)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中：

m_4 ——从标准曲线上查出试验溶液中钠的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

m ——试样(见 7.3.1.3.1)质量的数值，单位为克 (g)。

取两次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算术平均值的 10%。

7.7.2 电感耦合等离子体原子发射光谱法

按 7.8 规定的方法进行测定。

7.8 铁含量、钠含量的测定——电感耦合等离子体原子发射光谱法

7.8.1 原理

在盐酸介质中，采用标准加入法，用电感耦合等离子体发射光谱仪测定铁、钠含量。

7.8.2 试剂或材料

7.8.2.1 盐酸溶液：1+1，用优级纯试剂配制。

7.8.2.2 铁标准溶液：1 mL 溶液含铁 (Fe) 0.01 mg，移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准贮备溶液，置于同一个 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.8.2.3 钠标准溶液：1 mL 溶液含钠 (Na) 1 mg。

7.8.2.4 水：符合 GB/T 6682—2008 中表 1 规定的二级水。

7.8.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

7.8.4 试验步骤

在 6 个 100 mL 容量瓶中用移液管分别加 10 mL 试验溶液 A(见 7.3.1.3.1)、10 mL 盐酸溶液,再分别各加铁和钠标准溶液 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL,用水稀释至刻度,摇匀。将电感耦合等离子体发射光谱仪调至最佳工作条件,用水调零,铁和钠分别于推荐波长 259.940 nm、589.592 nm 处,测定溶液光谱强度。以铁、钠质量为横坐标,对应的光谱强度为纵坐标,分别绘制铁、钠工作曲线,将工作曲线反向延长与横坐标相交处,即为试验溶液中铁、钠的质量。

7.8.5 试验数据处理

待测元素含量以待测元素(Fe、Na)质量分数 w_i 计,按公式(8)计算:

$$w_i = \frac{m_i \times 10^{-3}}{m \times (10/1\ 000)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

m_i ——从标准曲线上查出试验溶液中待测元素质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样(见 7.3.1.3.1)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算术平均值的 10%。

7.9 镍含量的测定

7.9.1 原理

在氨溶液、溴存在条件下,镍与丁二酮肟作用,形成酒红色可溶性络合物,用分光光度计于推荐波长 465 nm 处,测定镍含量。

7.9.2 试剂或材料

7.9.2.1 盐酸。

7.9.2.2 溴水。

7.9.2.3 柠檬酸溶液:100 g/L。

7.9.2.4 丁二酮肟乙醇溶液:10 g/L。

7.9.2.5 氨水溶液:1+1。

7.9.2.6 镍标准溶液:1 mL 溶液含镍(Ni)0.01 mg,移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镍标准贮备溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

7.9.3 仪器设备

分光光度计:带有厚度为 2 cm 比色皿。

7.9.4 试验步骤

7.9.4.1 标准曲线绘制

移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 镍标准溶液,分别置于 6 个 100 mL

容量瓶中,各加 0.5 mL 盐酸、5 mL 柠檬酸溶液,用氨水溶液调节 pH 约为 10,全部转移至 100 mL 容量瓶中,再加 2 mL 丁二酮肟乙醇溶液、1 mL 溴水,混合均匀,静置 15 min,用水稀释至刻度,摇匀。将分光光度计调至最佳工作条件,以标准空白溶液调零,于推荐波长 465 nm 处,测定标准溶液的吸光度。以镍质量(mg)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

7.9.4.2 试验

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加 20 mL 水,边搅拌边缓缓加入约 5 mL 盐酸,再加 5 mL 柠檬酸溶液,用氨水溶液调节 pH 约为 10,全部转移至 100 mL 容量瓶中,再加 2 mL 丁二酮肟乙醇溶液、1 mL 溴水,混合均匀,静置 15 min,用水稀释至刻度,摇匀。在分光光度计上,于推荐波长 465 nm 处,测定试验溶液的吸光度,根据测得的吸光度,从标准曲线上查出相应的镍的质量。

7.9.5 试验数据处理

镍含量以镍(Ni)质量分数 w_6 计,按公式(9)计算:

$$w_6 = \frac{m_5 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

m_5 ——从标准曲线上查出试验溶液中镍的质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试样质量的数值,单位为克(g)。

取两次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算术平均值的 20%。

7.10 重金属含量的测定

称取 5.00 g±0.01 g 试样,按照 GB/T 23950 规定的方法测定。固体样品铅(Pb)标准溶液移取 5.00 mL,液体样品铅(Pb)标准溶液移取 2.50 mL。

试验溶液所呈颜色深于标准比色溶液,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。

8 检验规则

8.1 检验分为型式检验和出厂检验。型式检验和出厂检验应符合下列要求。

a) 第 6 章规定的所有指标项目为型式检验项目,在正常生产情况下,每 6 个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时,应进行型式检验:

- 1) 更新关键生产工艺;
- 2) 主要原料有变化;
- 3) 停产又恢复生产;
- 4) 与上次型式检验有较大差异;
- 5) 合同规定。

b) 第 6 章规定的氢氧化钾、碳酸钾、氯化物、铁含量共四项为出厂检验项目,应逐批检验。

8.2 生产企业用相同材料,基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的同一规格的工业氢氧化钾为一批。工业氢氧化钾固体产品每批不超过 300 t,工业氢氧化钾液体产品每批不超过 500 t。

8.3 按 GB/T 6678 规定的采样单元数随机抽样。固体产品采样时,将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀,用四分法缩分至不少于 500 g。将样品分装于两个清洁、

干燥的塑料容器中,密封。液体产品采样时,将采样器插入至容器深度的 2/3 处采样,将采得的样品混匀,总量不少于 500 mL,分装于两个清洁干燥的塑料瓶中,密封。并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、规格、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用,另一份保存备查,保存时间由生产企业根据需要确定。

8.4 按照 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合要求。

8.5 检验结果如有指标不符合要求,应重新自两倍量的包装中采样进行复验,复验结果有一项指标不符合要求时,则整批产品为不合格。

9 标志、标签和随行文件

9.1 工业氢氧化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、规格、净含量、批号或生产日期、本文件编号及 GB 190 规定的“腐蚀性物质”标签和 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”“怕雨”标志。

9.2 每批出厂的工业氢氧化钾都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、规格、净含量、批号或生产日期和本文件编号。

10 包装、运输和贮存

10.1 工业氢氧化钾采用下列包装方式。

- 工业氢氧化钾包装应符合 GB 12463 及《关于危险货物运输的建议书 规章范本》中的相关规定,包装容器不应污染产品。
- 工业氢氧化钾固体采用双层包装,内包装宜采用聚乙烯塑料薄膜袋,采用适宜的方式封口。外包装宜采用聚乙烯复合袋、聚丙烯塑料编织袋或牛皮纸袋,也可采用符合 GB/T 325.2 中规定的钢桶包装或符合规定的其他包装形式。最小包装单元可根据用户要求进行包装。包装袋及封口应保证产品在正常贮运中不污染、不泄漏、不破损。
- 工业氢氧化钾液体采用专用铁路槽车或公路槽车及包装桶装运。槽车上口用铁盖盖严、卡牢。包装桶应符合 GB 18191 中的规定。

10.2 工业氢氧化钾在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮、暴晒、撞击,不应与酸性物质或挥发性有机物混运,桶包装不应倒置。

10.3 工业氢氧化钾应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内,防止雨淋、受潮、曝晒,不应与酸性物质或挥发性有机物混贮,桶包装不应倒置。

10.4 在符合本文件规定的包装、运输、贮存条件下,工业氢氧化钾产品保质期不超过 12 个月。

参 考 文 献

- [1] GB 12268—2012 危险货物物品名表
-