

ICS 71.060.40
G 11
备案号:41811—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3815—2013

代替 HG/T 3815 2006

工业离子膜法氢氧化钾溶液

Potassium hydroxide solution by ion exchange membrane method

2013-10-17 发布

2014-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 HG/T 3815—2006《工业离子膜法氢氧化钾溶液》。与 HG/T 3815—2006 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下:

增加了Ⅲ型主含量的质量分数为 30 %的产品类型(2006 年版的 3,本版的 4);

根据用户需求设定总碱度技术指标,删去原标准中的氢氧化钾和碳酸钾技术指标(2006 年版的 4.2,本版的 5.2);

修改了氯化物、铁、钠、铝、氯酸钾的技术指标,删去了钙的技术指标(2006 年版的 4.2,本版的 5.2)。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准起草单位:江苏奥喜埃化工有限公司、中海油天津化工研究设计院、成都化工股份有限公司、内蒙古瑞达泰丰化工有限责任公司、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人:徐正群、丁灵、汪琦、封海林、弓创周。

本标准历次版本发布情况为:

HG/T 3815—2006。

工业离子膜法氢氧化钾溶液

1 范围

本标准规定了工业离子膜法氢氧化钾溶液的分型、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本标准适用于精制氯化钾经离子膜法电解所得的氢氧化钾溶液。该产品主要用于电池行业、电子行业、高级洗涤剂 and 化妆品、各种钾盐、医药中间体、合成橡胶、ABS 树脂和天然橡胶乳液、发酵、纸张分

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 6680 液体化工产品采样通则
- 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
- 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 分子式和相对分子质量

分子式:KOH
相对分子质量:56.10(按 2011 年国际相对原子质量)

4 分型

工业离子膜法氢氧化钾溶液按照主含量的不同分为三种型号:I 型主含量的质量分数为 48 %,II 型主含量的质量分数为 45 %,III 型主含量的质量分数为 30 %。

5 要求

- 5.1 外观:无色透明液体。
- 5.2 工业离子膜法氢氧化钾溶液按本标准规定的试验方法检测,应符合表 1 中相应的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标				
	I 型		II 型		III 型
	优等品	一等品	优等品	一等品	
总碱度(以 KOH 计) $w/\%$	≥ 48.0	48.0	45.0	45.0	30.0
氯化物(以 Cl 计) $w/\%$	≤ 0.002	0.003	0.002	0.004	0.002
铁(Fe) $w/\%$	$\leq 0.000\ 2$	0.000\ 3	0.000\ 2	0.000\ 3	
钠(Na) $w/\%$	≤ 0.4	0.5	0.4	0.5	0.3
铝(Al) $w/\%$	$\leq 0.000\ 5$	0.001	0.000\ 5	0.001	
氯酸钾(KClO ₃) $w/\%$	≤ 0.005	0.01	0.005	0.01	
重金属(以 Pb 计) $w/\%$	≤ 0.001	0.001	0.001	0.001	

6 试验方法

6.1 警告

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!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

6.2 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 6682·2008 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,在没有注明其他要求时,均按 HG/T 3696.1、HG/T 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

6.3 外观检验

在自然光下,于比色管中,以白瓷板为背景用目视法判定外观。

6.4 总碱度的测定

6.4.1 方法提要

以甲基橙为指示剂,用盐酸标准溶液滴定。以滴定消耗的盐酸标准溶液的量计算总碱度。

6.4.2 试剂

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

6.4.2.2 甲基橙指示液:1 g/L。

6.4.3 分析步骤

6.4.3.1 试验溶液的制备

用称量瓶迅速称取约 80 g 试样,精确至 0.01 g,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,用于总碱度、氯化物含量的测定。

6.4.3.2 测定

移取 50 mL 试验溶液 A 置于 250 mL 锥形瓶中。于此溶液中加入 1~2 滴甲基橙指示液,用盐酸标准滴定溶液滴定溶液由黄色变为橙红色,消耗盐酸标准滴定溶液的体积为 V。

6.4.4 结果计算

总碱度以氢氧化钾(KOH)的质量分数 w_1 计,按公式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM/1\ 000}{m \times 50/1\ 000} \times 100\ \% - w_3 \times 2.440\ 5 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V 滴定消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

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);

m 试料质量的数值,单位为克(g);

w_3 6.6测得的钠的质量分数;

M 氢氧化钾(KOH)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=56.10$);

2.440 5 钠(Na)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%。

6.5 氯化物含量的测定

6.5.1 方法提要

在微酸性的水或乙醇-水溶液中,用强电离的硝酸汞标准溶液将氯离子转化为弱电离的氯化汞,用二苯偶碳酰肼指示剂与过量的汞生成紫红色络合物来判断终点。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 硝酸溶液:1+1。

6.5.2.2 硝酸溶液:1+15。

6.5.2.3 氢氧化钠溶液:40 g/L。

6.5.2.4 硝酸汞标准滴定溶液: $c\left[\frac{1}{2}\text{Hg}(\text{NO}_3)_2\right]\approx 0.005\text{ mol/L}$ 。

6.5.2.5 溴酚蓝指示液:1 g/L。

6.5.2.6 二苯基偶氮碳酰肼指示液:5 g/L。

6.5.3 仪器

微量滴定管:分度值为0.01 mL或0.02 mL。

6.5.4 分析步骤

移取50 mL试验溶液A(6.4.3.1)置于250 mL锥形瓶中,加水至约100 mL。加3滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液(6.5.2.1)至黄色,再用氢氧化钠溶液调至恰呈蓝色,然后滴加硝酸溶液(6.5.2.2)至黄色,过量2滴,加入1 mL二苯基偶氮碳酰肼指示液,用硝酸汞标准滴定溶液滴定至与标准终点比对溶液相同的紫红色。

标准终点比对溶液的制备:于250 mL锥形瓶中加入100 mL水和3滴溴酚蓝指示液,滴加硝酸溶液(6.5.2.1)至黄色,再滴加氢氧化钠溶液至恰呈蓝色,滴加硝酸溶液(6.5.2.2)至黄色,过量2滴。加入1 mL二苯基偶氮碳酰肼指示液,用硝酸汞标准滴定溶液于微量滴定管中滴定至紫红色。

注:将滴定后的含汞废液收集保留,参见附录A进行处理。

6.5.5 结果计算

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_2 计,按公式(2)计算:

$$w_2 = \frac{[(V-V_0)/1\,000]cM}{m \times 50/1\,000} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

V 滴定试验溶液消耗的硝酸汞标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 标准终点比对溶液消耗的硝酸汞标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

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);

m 试料(6.4.3.1)质量的数值,单位为克(g);

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

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0.000 2%。

6.6 铁、钠、铝含量的测定

6.6.1 方法提要

样品加盐酸溶解后,将试样溶液喷入等离子体,并以此作光源,在等离子体发射光谱仪相应的波长处,测量其光谱强度并采用标准加入法计算元素的含量。

6.6.2 试剂和材料

6.6.2.1 盐酸:光谱纯。

6.6.2.2 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)1 mg。

6.6.2.3 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)1 mg。

6.6.2.4 铝标准溶液:1 mL 溶液含铝(Al)1 mg。

6.6.2.5 金属离子标准混合溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)、铝(Al)金属离子分别为 0.005 mg。

分别移取 5 mL 铁、铝标准溶液置于 1 000 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。转移至洁净的聚乙烯瓶中备用。

6.6.2.6 二级水:符合 GB/T 6682—2008 的规定。

6.6.3 仪器、设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪,氩气纯度不低于 99.99 %。

6.6.4 分析步骤

6.6.4.1 试验溶液的制备

称取约 80 g 试样,精确至 0.01 g,将溶液转移至 1 000 mL 容量瓶中,用二级水稀释至刻度,摇匀。立即置于 1 000 mL 清洁干燥的塑料瓶中保存。

6.6.4.2 金属离子含量的测定

分别移取 50 mL 试验溶液于 4 个 100 mL 容量瓶中,分别加 5 mL 盐酸,再加入金属离子标准混合溶液分别为 0.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL,用二级水稀释至刻度,摇匀。

分别移取 10 mL 试验溶液于 4 个 100 mL 容量瓶中,分别加 5 mL 盐酸,再依次加入钠标准溶液 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL,用二级水稀释至刻度,摇匀。

在仪器最佳的测定条件下,按表 2 给出的元素测定波长,利用标准加入法测定各待测元素的光谱强度。计算机根据所输入的相关数据,仪器给出铁、钠、铝元素的质量。

表 2 各杂质元素测定波长

杂质元素	铁	钠	铝
测定波长/nm	259.940	589.592	394.401

6.6.5 结果计算

待测元素含量以待测元素(Fe、Na、Al)的质量分数 w_3 计,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times V / 1\,000} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_1 ——仪器给出被测溶液中待测元素(Fe、Na、Al)质量的数值,单位为微克(μg);

V ——移取试样体积的数值,单位为毫升(mL);

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:铁含量不大于 0.000 1 %,钠含量不大于 0.04 %,铝含量不大于 0.000 1 %。

6.7 氯酸钾含量的测定

6.7.1 方法提要

在强酸介质中,氯气和二氧化氯与邻联甲苯胺反应生成稳定的黄色络合物,用分光光度计测定吸光度。

6.7.2 试剂

6.7.2.1 盐酸:优级纯。

6.7.2.2 氢氧化钾溶液:200 g/L。

6.7.2.3 氯酸钾标准溶液:1 mg/mL。

称取约 1 g 氯酸钾,精确至 0.000 2 g,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.7.2.4 氯酸钾标准溶液:0.1 mg/mL。

移取 10.00 mL 氯酸钾标准溶液(6.7.2.3),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.7.2.5 邻联甲苯胺指示液:1 g/L。

6.7.2.6 酚酞指示液:10 g/L。

6.7.3 仪器

分光光度计,带有厚度为 1 cm 的比色皿。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 标准曲线的绘制

在 5 个 100 mL 容量瓶中分别加入 10 mL 的氢氧化钾溶液,分别移取 0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 氯酸钾标准溶液(6.7.2.4),依次加入 2 mL 邻联甲苯胺指示液、10 mL 水、1 滴酚酞指示液,在冷水浴中滴加盐酸进行中和。边加边振荡至溶液无色后,再加 30 mL 盐酸,加水稀释至刻度,摇匀。静置 10 min 显色。用分光光度计于 442 nm 处,以水调节分光光度计零点,用 1 cm 比色皿进行吸光度测定。以氯酸钾的质量(μg)为横坐标、吸光度为纵坐标,绘制标准曲线。

6.7.4.2 测定

称取约 2 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 容量瓶中,加入 10 mL 氢氧化钾溶液。以下按

6.7.4.1 从“依次加入 2 mL 邻联甲苯胺指示液……进行吸光度测定。”进行操作。

同时进行空白试验,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。

6.7.4.3 结果计算

氯酸钾的含量以氯酸钾的质量分数 w_4 计,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6}}{m} \times 100 \% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 —— 从标准曲线上查出的试验溶液中氯酸钾质量的数值,单位为微克(μg);

m_0 —— 从标准曲线上查出的空白试验溶液中氯酸钾质量的数值,单位为微克(μg);

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 0.000 5 %。

6.8 重金属含量的测定

6.8.1 方法提要

在酸性介质中,加入饱和硫化氢水溶液,重金属离子与硫离子反应生成褐色沉淀悬浮于溶液中成为悬浮物,以目视比色法与同时、同样处理的铅标准比色溶液比较。

6.8.2 试剂

6.8.2.1 乙酸:36 %。

6.8.2.2 硝酸溶液:1+1。

6.8.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

6.8.2.4 氢氧化钠溶液:100 g/L。

6.8.2.5 饱和硫化氢水溶液。

6.8.2.6 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.01 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 规定配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液现用现配。

6.8.3 仪器

6.8.3.1 比色管:50 mL。

6.8.3.2 电热恒温水浴。

6.8.4 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 50 mL 烧杯中,加入 1 mL 硝酸溶液,在水浴上加热至蒸干,残渣溶于 20 mL 的水中。加 1 滴~2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠溶液中和至溶液呈粉红色。加入 3 mL 乙酸,将其全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。移取 10 mL 上述溶液,置于 50 mL 的比色管中,加入 10 mL 饱和硫化氢水溶液,用水稀释至刻度,摇匀。静置 10 min 后,所呈暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液:移取 10 mL 水,置于 50 mL 的比色管中,加入 36 % 乙酸 3 mL,加入 1 mL 铅标准溶液与试样同时、同样处理。

7 检验规则

7.1 本标准规定了型式检验和出厂检验。

7.1.1 型式检验

要求中规定的所有七项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。有下列情况之一时,必须进行型式检验。

- a) 更新关键生产工艺;
- b) 主要原料有变化;
- c) 停产又恢复生产;
- d) 与上次型式检验有较大差异;
- e) 合同规定。

7.1.2 出厂检验

要求中规定的总碱度、氯化物含量、钠含量三项指标为出厂检验项目,应逐批检验。

7.2 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等级的工业离子膜法氢氧化钾溶液为一批,也可以按每一贮槽或每一槽车为一批,每批产品不超过 150 t。

7.3 按 GB/T 6680 的规定采样。采取代表性试样,采样量不少于 500 mL。混匀后分装于两个清洁干燥的聚乙烯瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名及产品名称、类型、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。

7.4 检验结果如有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复验,复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。

7.5 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

8 标志、标签

8.1 工业离子膜法氢氧化钾溶液包装上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、类型、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号、GB 190 中规定的“腐蚀性物质”标签。

8.2 每批出厂的工业离子膜法氢氧化钾溶液都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、类型、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号。

9 包装、运输、贮存

9.1 工业离子膜法氢氧化钾溶液产品用槽车或桶装,包装容器不得污染产品。桶装材质、每桶净含量

可根据用户的要求进行协商。

9.2 工业离子膜法氢氧化钾溶液产品防止碰撞。严禁与易燃物或可燃物、酸类等混贮、混运。

10 安全

10.1 工业离子膜法氢氧化钾溶液具有强腐蚀性,操作场所应防腐,安装送排风设备。操作人员应穿耐酸碱服,戴橡胶耐酸碱手套。工作现场配制 3 %的稀硼酸溶液备用。

10.2 皮肤接触应立即脱去被污染的衣着,用大量流动清水冲洗至少 15 min。就医。

10.3 眼睛接触应立即提起眼睑,用大量流动清水或生理盐水彻底冲洗至少 15 min。就医。

附 录 A
(资料性附录)
含汞废液处理方法

A.1 方法提要

在碱性介质中,用过量的硫化钠沉淀汞,用过氧化氢氧化过量的硫化钠,防止汞以多硫化物的形式溶解。

A.2 处理步骤

将废液收集于约 50 L 的容器中,当废液达约 40 L 时依次加入 400 g/L 氢氧化钠溶液 400 mL、硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)100 g,摇匀。10 min 后缓慢加入 30 %过氧化氢溶液 400 mL,充分混合,放置 24 h 后将上部清液排入废水中,沉淀物转入另一容器中,由专人进行汞的回收。

上述操作中所用试剂均为工业级。

中华人民共和国
化工行业标准
工业离子膜法氢氧化钾溶液
HG/T 3815 2013

出版发行:化学工业出版社
(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)
化学工业出版社印刷厂
880mm×1230mm 1/16 印张3/4 字数18千字
2014年2月北京第1版第1次印刷
书号:155025·1630

购书咨询:010-64518888
售后服务:010-64518899
网址:<http://www.cip.com.cn>
凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:12.00元 版权所有 违者必究