

HG/T 3688—2010

www.docin.com

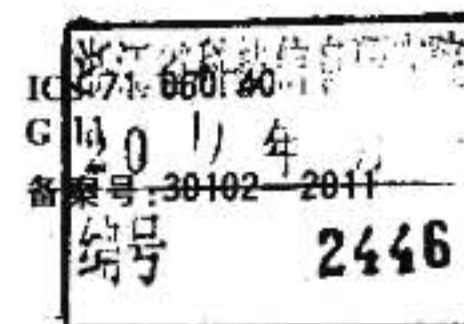
中华人民共和国
化工行业标准
高品质片状氢氧化钾
HG/T 3688—2010

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)
北京云浩印刷有限责任公司印装
880mm×1230mm 1/16 印张1 字数30千字
2011年3月北京第1版第1次印刷
书号:155025·0873

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:14.00元

版权所有 违者必究



HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3688—2010

代替 HG/T 3688—2000

高品质片状氢氧化钾

Flaky and high-quality potassium hydroxide

2010-11-22 发布

2011-03-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准修改采用美国军用标准 MIL-DTL-11751F：2000《氢氧化钾溶液》(英文版)。

考虑到我国国情,在采用美国军用标准 MIL-DTL-11751F：2000《氢氧化钾溶液》时,本标准做了一些修改。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 及附录 B 中给出了这些技术性差异、结构性差异及其原因的一览表以供参考。

本标准代替 HG/T 3688—2000《高品质片状氢氧化钾》。

本标准与 HG/T 3688—2000 的主要技术差异如下：

- 指标分为 95 %、90 %、75 % 三种类型,每种类型分为优等品和一等品(2000 年版的 3.2,本版的 5.2)；
- 氯化物含量的测定取消了末量法,改为目视比浊法和电位滴定法(2000 年版的 4.2,本版的 6.5)；
- 硅酸盐含量、铁含量、钠含量、铝含量、钙含量、镍含量的测定增设了电感耦合等离子体原子发射光谱法(本版的 6.15)；
- 增加了附录 A 和附录 B。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

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：中海油天津化工研究设计院、优利德(江苏)化工有限公司、成都华融化工有限公司、冀中能源邢台矿业集团有限责任公司金牛钾碱分公司、重庆昌元化工有限公司。

本标准主要起草人：丁灵、孔庆伟、魏东、王秀萍、王勇。

本标准所代替标准的历次版本发布情况：

- HG/T 3688—2000。

高品质片状氢氧化钾

1 范围

本标准规定了高品质片状氢氧化钾的分型、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于精制氯化钾经离子膜法电解所得的高品质片状氢氧化钾。该产品主要用于电池行业、高级洗涤剂 and 化妆品、歧化松香钾皂和各种钾盐、医药中间体、合成橡胶、ABS 树脂和天然橡胶乳液、发酵、纸张分浆剂、农药制造等。

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 190—2009 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(mod ISO 780 : 1997)

GB/T 2306—2008 化学试剂 氢氧化钾

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(idt 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 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—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696 : 1987)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 23768—2009 无机化工产品 火焰原子吸收光谱法通则

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试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: KOH

相对分子质量: 56.11(按 2007 年国际相对原子质量)

4 分型

高品质片状氢氧化钾分为以下三种类型。

I 型: 95 % 规格, 氢氧化钾含量为 95 % 以上的产品。

II 型: 90 % 规格, 氢氧化钾含量为 90 % 以上、95 % 以下的产品。

III 型: 75 % 规格, 氢氧化钾含量为 75 % 以上、90 % 以下的产品。

5 要求

5.1 外观: 白色片状。

5.2 高品质片状氢氧化钾应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目		指 标					
		I 型		II 型		III 型	
		优等品	一等品	优等品	一等品	优等品	一等品
氢氧化钾(KOH) $w/\%$	\geq	95.0	95.0	90.0	90.0	75.0	75.0
碳酸钾(K_2CO_3) $w/\%$	\leq	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5
氯化物(以 Cl 计) $w/\%$	\leq	0.005	0.01	0.005	0.01	0.004	0.008
硫酸盐(以 SO_4 计) $w/\%$	\leq	0.002	0.005	0.002	0.005	0.002	0.005
硝酸盐及亚硝酸盐(以 N 计) $w/\%$	\leq	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.000 5	0.000 5
磷酸盐(以 PO_4 计) $w/\%$	\leq	0.002	0.005	0.002	0.005	0.002	0.005
硅酸盐(以 SiO_3 计) $w/\%$	\leq	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01	0.01
铁(Fe) $w/\%$	\leq	0.000 2	0.000 5	0.000 2	0.000 5	0.000 2	0.000 5
钠(Na) $w/\%$	\leq	0.5	1.0	0.5	1.0	0.5	0.8
铝(Al) $w/\%$	\leq	0.001	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002
钙(Ca) $w/\%$	\leq	0.002	0.005	0.002	0.005	—	—
镍(Ni) $w/\%$	\leq	0.000 5	0.001	0.000 5	0.001	0.000 2	0.000 5
重金属(以 Pb 计) $w/\%$	\leq	0.001	0.002	0.001	0.002	0.001	0.002

注：用户对磷酸盐、钠(Na)、铝(Al)指标无要求时，可不控制。

6 试验方法

6.1 安全提示

本试验方法中所用样品和部分试剂具有腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。部分试剂易挥发、易燃，操作时需在通风橱中进行。

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，用目视法判别。

6.4 氢氧化钾和碳酸钾含量的测定

6.4.1 氢氧化钾含量的测定——四苯硼钠重量法(仲裁法)

6.4.1.1 方法提要

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。

6.4.1.2 试剂

6.4.1.2.1 无水乙醇；

6.4.1.2.2 乙酸溶液：100 g/L；

6.4.1.2.3 四苯硼钠乙醇溶液：34 g/L；

6.4.1.2.4 四苯硼钾乙醇饱和溶液；

6.4.1.2.5 甲基红指示液：1 g/L。

6.4.1.3 仪器、设备

6.4.1.3.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 $2\ \mu\text{m}\sim 5\ \mu\text{m}$ ；

6.4.1.3.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 $120\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 。

6.4.1.4 分析步骤

6.4.1.4.1 试验溶液的制备

用称量瓶迅速称取约 40 g 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，冷却至室温后全部移入 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、钠含量的测定。

6.4.1.4.2 测定

用移液管移取 20 mL 试验溶液 A 置于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，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，用乙酸溶液调至微红色。加热至 $40\ ^\circ\text{C}$ 取下，搅拌下逐滴加入四苯硼钾乙醇溶液 8 mL~9 mL，约 5 min 加完，放置 10 min。用已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，每次用 5 mL，每次都要抽干。停止抽滤，用 2 mL 无水乙醇洗一次，再抽干，置于电热恒温干燥箱中，于 $120\ ^\circ\text{C}\pm 5\ ^\circ\text{C}$ 烘干至质量恒定。

注：配置的氢氧化钾溶液具腐蚀性，不得存放在玻璃瓶中，所用的定量玻璃仪器均需要及时洗涤。

6.4.1.5 结果计算

氢氧化钾含量以氢氧化钾(KOH)的质量分数 w_1 计，数值以 % 表示，按式(1)计算：

$$w_1 = \frac{m_1 \times 0.1566 \times 100}{m \times \frac{20}{1000} \times \frac{20}{500}} (w_2 \times 0.8119 + w_3 \times 1.5825) \quad (1)$$

式中：

m_1 ——四苯硼钾沉淀的质量的数值，单位为克(g)；

m ——试样质量的数值，单位为克(g)；

w_2 ——6.4.2 测得的碳酸钾的质量分数的数值，以 % 表示；

w_3 ——6.5 测得的氯化物的质量分数的数值，以 % 表示；

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；

1.5825——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 %。

6.4.2 氢氧化钾和碳酸钾含量的测定——酸碱滴定法

6.4.2.1 方法提要

取一份试液，加入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。再以甲基橙为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定碳酸盐。以两次滴定消耗的滴定剂的量计算氢氧化钾的含量和碳酸钾的含量。

6.4.2.2 试剂

6.4.2.2.1 氯化钡溶液：100 g/L(加入酚酞指示剂，用氢氧化钠溶液调节至变粉红色)；

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

6.4.2.2.3 甲基橙指示液：1 g/L；

6.4.2.2.4 酚酞指示液：10 g/L。

6.4.2.3 分析步骤

用移液管移取 50 mL 试验溶液 A(6.4.1.4.1)置于 250 mL 锥形瓶中。加入 10 mL 氯化钡溶液，摇匀，加入 2 滴~3 滴酚酞指示液，用盐酸标准滴定溶液滴定至溶液无色，消耗盐酸标准滴定溶液的体积为 V_1 ；于此溶液中加入 1 滴~2 滴甲基橙指示液，用盐酸标准滴定溶液继续滴定至橙红色，消耗盐酸标

准滴定溶液的体积为 V_2 。

6.4.2.4 结果计算

氢氧化钾含量以氢氧化钾(KOH)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{V_1 c M_1 / 1000}{m \times 50 / 1000} \times 100 - (w_5 \times 2.4406) \quad (2)$$

碳酸钾含量以碳酸钾(K_2CO_3)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{V_2 c M_2 / (2 \times 1000)}{m \times 50 / 1000} \times 100 \quad (3)$$

式中:

V_1 ——以酚酞为指示液滴定消耗的盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——以甲基橙为指示液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(6.4.1.4.1)质量的数值,单位为克(g);

w_5 ——6.11测得的钠的质量分数的数值,单位为(%);

M_1 ——氢氧化钾(KOH)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1=56.11$);

M_2 ——碳酸钾(K_2CO_3)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2=138.20$);

2.4406——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氢氧化钾为不大于0.3%,碳酸钾为不大于0.1%。

6.5 氯化物含量的测定

6.5.1 电位滴定法(仲裁法)

6.5.1.1 方法提要

在酸性乙醇-水溶液中,以银-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,借助于电位突跃确定其反应终点。

6.5.1.2 试剂

同 GB/T 3050—2000 中的第4章。

6.5.1.3 仪器

同 GB/T 3050—2000 中的第5章。

6.5.1.4 分析步骤

移取 10 mL 试验溶液 A(6.4.1.4.1)置于 50 mL 烧杯中,加 1 滴溴酚蓝指示液,用氢氧化钠溶液或硝酸溶液调节溶液的 pH 值,使溶液恰呈黄色。加入 1 mL 氯化钾标准溶液 [$c(KCl)=0.005$ mol/L],再加入乙醇,使乙醇与试验溶液的体积比为 3:1,总体积不大于 40 mL,以下按 GB/T 3050—2000 中 6.2“以下操作按 4.6 中……同时进行空白试验”规定进行操作。

6.5.1.5 结果计算

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_3 计,数值以%表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{[(V-V_0)/1000]cM}{m \times 10 / 1000} \times 100 \quad (4)$$

式中:

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

c ——硝酸银标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料(6.4.1.4.1)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为不大于 0.0005%。

6.5.2 目视比浊法

6.5.2.1 方法提要

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。

6.5.2.2 试剂

6.5.2.2.1 硝酸溶液:1+3;

6.5.2.2.2 硝酸银溶液:17 g/L;

6.5.2.2.3 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的氯化物标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用期为一周。

6.5.2.3 仪器

比色管:50 mL,带 25 mL 刻度。

6.5.2.4 分析步骤

称取 2.00 ± 0.01 g(I型、II型产品)或 2.50 ± 0.01 g(III型产品)试样,置于比色管中,加水溶解稀释至 25 mL。加硝酸溶液中和,加 1 mL 硝酸银溶液,加水至刻度,摇匀,于暗处放置 10 min。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是按下列要求移取氯化物标准溶液,与试料同时同样处理。

优等品:1.0 mL;一等品:2.0 mL。

6.6 硫酸盐含量的测定

6.6.1 方法提要

盐酸介质中,硫酸根与钡离子生成白色细微的硫酸钡沉淀,悬浮在溶液中,与标准比浊溶液比对。

6.6.2 试剂和材料

6.6.2.1 盐酸溶液:1+3。

6.6.2.2 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的硫酸盐标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液使用期为一周。

6.6.2.3 混合溶液:称取 70 g 氯化钠置于 1000 mL 烧杯中,加 500 mL 水溶解,加 10 mL 盐酸、500 mL 丙三醇,加入 50 g 氯化钡,混匀。

6.6.3 仪器

比色管:50 mL,带 25 mL 刻度。

6.6.4 分析步骤

称取 5.00 ± 0.01 g 试样,置于比色管中,加水溶解稀释至 25 mL。用盐酸溶液中和至 pH 3~4 (用 pH 试纸检验)。加入 10 mL 混合溶液,加水至刻度,摇动 1 min,放置 5 min。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液是按下列要求移取硫酸盐标准溶液,与试料同时同样处理。

优等品:1.0 mL;一等品:2.5 mL。

6.7 硝酸盐及亚硝酸盐含量的测定

6.7.1 方法提要

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,生成的氨经蒸馏用硫酸溶液吸收。加入纳氏试剂生成红色配合物,与标准比色溶液进行比对。

6.7.2 试剂

6.7.2.1 定氮合金。

6.7.2.2 硫酸溶液:1+333。

6.7.2.3 氢氧化钠溶液:250 g/L,无氨。

6.7.2.4 氮标准溶液:1 mL 溶液含氮(N) 0.01 mg。

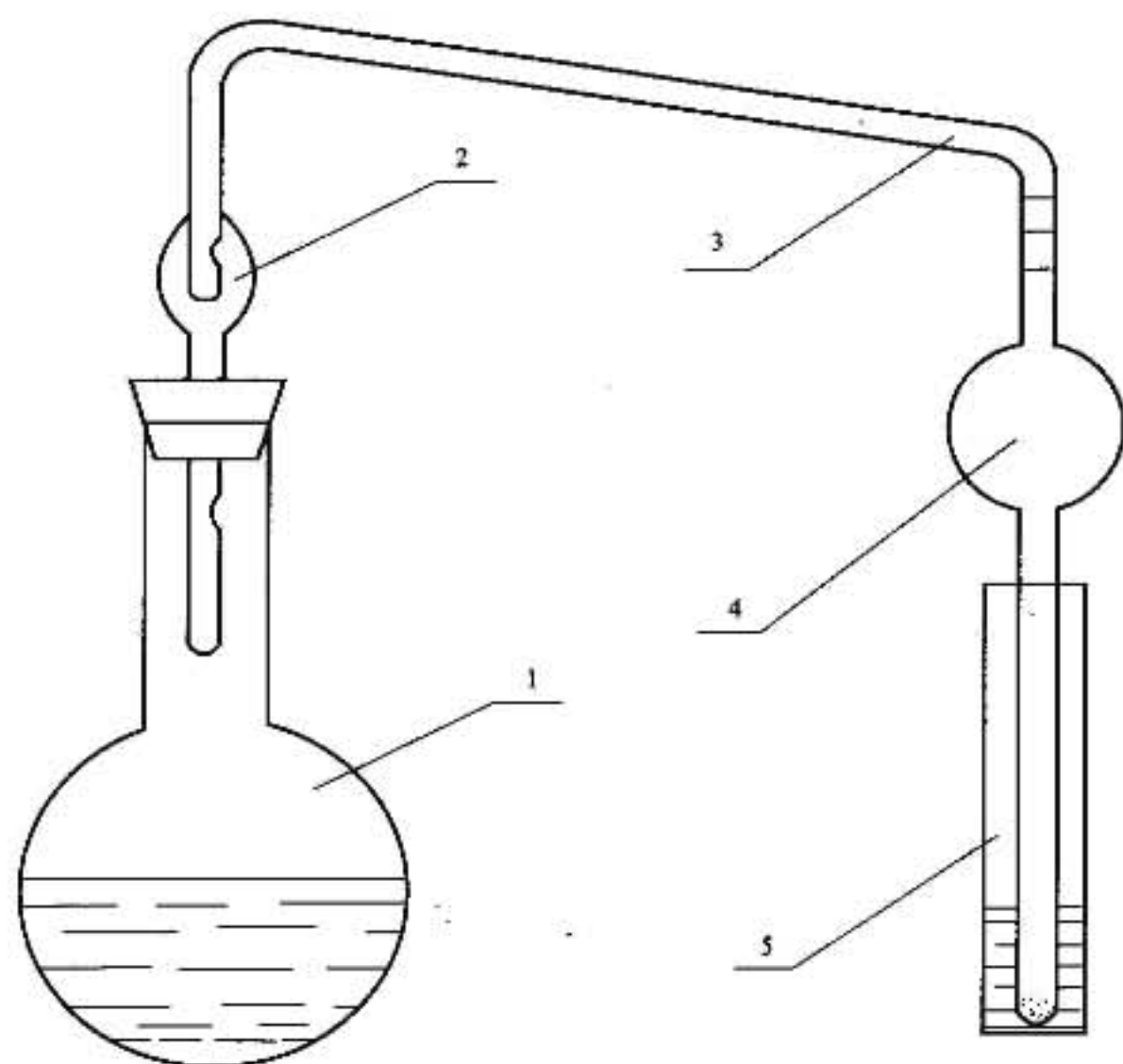
用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氮标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

6.7.2.5 无氨的水。

6.7.2.6 纳氏试剂。

6.7.3 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。



1——蒸馏瓶;
2——气液分离器;
3——导管;
4——带有缓冲球的氮吸收管(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。

图 1 定氮蒸馏装置

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 分析准备

在蒸馏瓶中注入适量水,加热至沸。用沸腾产生的蒸汽清洗装置,至蒸馏液不再析出氮为止(用纳氏试剂检验:取相同体积的吸收液和水,分别加入等量纳氏试剂,比较二者颜色)。

6.7.4.2 测定

用称量瓶迅速称取 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于蒸馏瓶中,加 50 mL 水溶解,加 25 mL 无氨水,摇匀。用移液管移取 1 mL 氮标准溶液,置于另一个蒸馏瓶中,加 65 mL 无氨水、5 mL 氢氧化钠溶液,摇匀。各加 1 g 定氮合金,迅速将蒸馏装置连接好。于两个比色管中,各加入 2 mL 硫酸溶液,加少量水使导管末端气孔淹没于溶液中。混匀蒸馏瓶内的溶液,放置 1 h,其间定时摇动。逐渐加热蒸馏瓶使溶液沸腾,

至蒸馏出约 40 mL 溶液为止。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。

于两个比色管中,分别加入 1 mL 氢氧化钠溶液、2 mL 纳氏试剂,加水至刻度,混匀,放置 10 min。试验溶液所呈颜色应不深于标准比色溶液。

6.8 磷酸盐含量的测定

按 GB/T 2306—2008 的 5.8 规定测定。

6.9 硅酸盐含量的测定——目视比色法

按 GB/T 2306—2008 的 5.9 规定测定。

6.10 铁含量的测定——分光光度法

6.10.1 方法提要

同 GB/T 3049—2006 第 3 章。

6.10.2 试剂

同 GB/T 3049—2006 第 4 章。

6.10.3 仪器

分光光度计:带有厚度为 4 cm 或 5 cm 的比色皿。

6.10.4 分析步骤

6.10.4.1 工作曲线的绘制

使用 4 cm 或 5 cm 的比色皿,取相应体积的铁标准溶液,按 GB/T 3049—2006 规定绘制工作曲线。

6.10.4.2 测定

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,加 50 mL 水溶解。以下按 GB/T 3049—2006 中 6.4 的规定从“必要时,加水至 60 mL……”开始进行操作。

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。

根据工作曲线查出试验溶液和空白试验溶液中铁的质量(mg)。

6.10.5 结果计算

铁含量以铁(Fe)的质量分数 w_4 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_0) / 1000}{m} \times 100 \quad (5)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中铁质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中铁质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g)。

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 1 %。

6.11 钠含量的测定——分光光度法

6.11.1 方法提要

在酸性条件下,用火焰发射分光光度计于波长 589.0 nm 处,测定辐射强度,采用工作曲线法测定试样中钠含量。

6.11.2 试剂

6.11.2.1 盐酸溶液:1+5。

6.11.2.2 氯化钾溶液:5 g/L。

6.11.2.3 钠标准储备溶液:1 mL 溶液含钠(Na)0.1 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.11.2.4 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)0.01 mg。

用移液管移取 10 mL 钠标准储备溶液(6.11.2.3),置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

用于调节火焰发射分光光度计。

6.11.2.5 甲基橙指示液:1 g/L。

6.11.3 仪器、设备

火焰发射分光光度计。

6.11.4 分析步骤

6.11.4.1 工作曲线的绘制

于4个100 mL容量瓶中,分别加入0.00 mL(试剂空白溶液)、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL钠标准溶液(6.11.2.4),各加10 mL氯化钾溶液、5 mL盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。在火焰发射分光光度计上,于波长589.0 nm处,用水调零,用钠标准溶液调刻度为100。依次测量上述溶液的辐射强度。将所测定的辐射强度减去试剂空白溶液的辐射强度,以钠的量(mg)为横坐标,对应的辐射强度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.11.4.2 测定

用移液管移取10 mL试验溶液A(6.4.1.4.1),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此溶液和10 mL水(试剂空白溶液),分别置于100 mL容量瓶中,各加20 mL水、2滴甲基橙指示液。滴加盐酸溶液至指示剂变色,过量5 mL,用水稀释至刻度,摇匀。在火焰发射分光光度计上,于波长589.0 nm处,用水调零,用钠标准溶液调刻度为100。依次测量试剂空白溶液和试验溶液的辐射强度,从工作曲线上查出对应的钠的质量。

6.11.5 结果计算

钠含量以钠(Na)的质量分数 w_5 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) / 1000}{m \times (10 / 1000) \times (10 / 100)} \times 100 \quad (6)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中钠质量的数值,单位为毫克(mg);

m_0 ——从工作曲线上查出的空白试验溶液中钠质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——试料(6.4.1.4.1)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0.05%。

6.12 铝含量的测定——目视比色法

按GB/T 2306—2008的5.12规定测定。

6.13 钙含量的测定——目视比色法

按GB/T 2306—2008的5.13规定测定。

6.14 镍含量的测定——原子吸收法

6.14.1 方法提要

在原子吸收分光光度计上,于232.0 nm处,测定试验溶液的吸光度,采用标准加入法测定试样中镍含量。

6.14.2 试剂

6.14.2.1 盐酸溶液:1+1。

6.14.2.2 镍标准溶液:1 mL溶液含镍(Ni)0.01 mg。

用移液管移取1 mL按HG/T 3696.2配制的镍标准溶液,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

6.14.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

6.14.3 仪器、设备

6.14.3.1 原子吸收分光光度计:波长232.0 nm;

6.14.3.2 镍空心阴极灯;

6.14.3.3 火焰:空气-乙炔。

6.14.4 分析步骤

称取5 g试样,精确至0.01 g,加入20 mL水溶解,加1滴酚酞指示液,用盐酸溶液中和至无色,并过量1滴~2滴,置于100 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取20 mL试验溶液,共四份。按GB/T 23768—2009的7.5.2测定。

6.15 硅酸盐含量、铁含量、钠含量、铝含量、钙含量、镍含量的测定——电感耦合等离子体原子发射光谱法

6.15.1 方法提要

样品加盐酸溶解后,将试样溶液喷入等离子体,并以此做光源,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。

6.15.2 试剂

6.15.2.1 盐酸,光谱纯。

6.15.2.2 氩气:纯度应大于99.9%。

6.15.2.3 硅标准溶液:1 mL溶液含硅(Si)0.01 mg。

移取1.00 mL按HG/T 3696.2配制的硅标准溶液于100 mL容量瓶中,用一级水稀释至刻度,摇匀。

6.15.2.4 铁标准溶液:1 mL溶液含铁(Fe)0.1 mg。

移取10.00 mL按HG/T 3696.2配制的铁标准溶液于100 mL容量瓶中,用一级水稀释至刻度,摇匀。

6.15.2.5 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配制的钠标准溶液于100 mL容量瓶中,用一级水稀释至刻度,摇匀。

6.15.2.6 铝标准溶液:1 mL溶液含铝(Al)0.1 mg。

移取10.00 mL按HG/T 3696.2配制的铝标准溶液于100 mL容量瓶中,用一级水稀释至刻度,摇匀。

6.15.2.7 钙标准溶液:1 mL溶液含钙(Ca)0.1 mg。

移取10.00 mL按HG/T 3696.2配制的钙标准溶液于100 mL容量瓶中,用一级水稀释至刻度,摇匀。

6.15.2.8 镍标准溶液:1 mL溶液含镍(Ni)0.1 mg。

移取10.00 mL按HG/T 3696.2配制的镍标准溶液于100 mL容量瓶中,用一级水稀释至刻度,摇匀。

6.15.2.9 金属离子标准混合溶液:1 mL溶液含铁、铝、钙、镍金属离子各为0.005 mg。

分别移取铁、铝、钙、镍标准溶液5.0 mL置于100 mL容量瓶中,用一级水稀释至刻度,摇匀。

6.15.2.10 一级水:符合GB/T 6682—2008的规定。

6.15.3 仪器、设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

仪器的稳定性:仪器的短程稳定性RSD不大于2.0%,长期稳定性RSD不大于4.0%。

仪器的检出限:代表元素检出限不大于0.005 mg/L。

校准工作曲线:回归曲线的线性相关系数,各元素的线性相关系数 $R \geq 0.99$ 。

6.15.4 分析步骤

6.15.4.1 试验溶液的制备

用称量瓶迅速称取约40 g试样,精确至0.01 g,用一级水溶解,冷却至室温后全部移入1000 mL容量瓶中,用一级水稀释至刻度,摇匀,立即置于1000 mL清洁干燥的塑料瓶中保存。

6.15.4.2 金属离子含量的测定

分别用移液管移取 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、4.00 mL、8.00 mL,用一级水稀释至刻度,摇匀。

分别用移液管移取 50 mL 试验溶液于 4 个 100 mL 容量瓶中,分别加 5 mL 盐酸,再加入硅标准溶液 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL,用一级水稀释至刻度,摇匀。

分别用移液管移取 10 mL 试验溶液于 4 个 100 mL 容量瓶中,分别加 5 mL 盐酸,再加入钠标准溶液 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL,用一级水稀释至刻度,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,自动计算出各元素的浓度。

表 2 各杂质测定波长

杂质元素	硅	铁	钠	铝	钙	镍
测定波长/nm	251.612	259.940	589.592	394.401	393.660	231.604

6.15.5 结果计算

金属元素含量以质量分数 w_6 计,数值以%表示,按式(7)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times \frac{V}{1000}} \times 100 \quad (7)$$

硅酸盐含量以质量分数 w_7 计,数值以%表示,按式(8)计算:

$$w_7 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times \frac{V}{1000}} \times 2.71 \times 100 \quad (8)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线查出的被测溶液中被测元素质量的数值,单位为微克(μg);

V ——移取试样的体积的数值,单位为毫升(mL);

2.71——硅换算为硅酸盐的系数;

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,两次平行测定结果的绝对差值:硅酸盐含量不大于 0.000 5%,铁含量不大于 0.000 1%,钠含量不大于 0.05%,铝含量不大于 0.000 2%,钙含量不大于 0.000 2%,镍含量不大于 0.000 1%。

6.16 重金属(以 Pb 计)含量的测定

按 GB/T 2306—2008 规定的 5.17 测定。

7 检验规则

7.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

7.1.1 型式检验:本标准所有指标项目为型式检验项目。正常情况下,每三个月至少进行一次型式检验。有下列情况之一时,应进行型式检验。

- 更换关键生产工艺;
- 主要原料有变化;
- 停产恢复生产;
- 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异;
- 合同规定。

7.1.2 本标准规定项目中的氢氧化钾、碳酸钾、氯化物、铁、钠、镍、重金属含量为出厂检验项目,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级别的高品质片状氢氧化钾为一批,每批产品不超过 120 t。

7.3 按 GB/T 6678 规定的采样单元数随机抽样。拆开包装袋,宜用 GB/T 6679 中规定的适宜的采样器和方式迅速采取有代表性的样品,将采取的样品混匀,样品量不少于 1 000 g,分装于两个清洁、干燥的聚乙烯瓶中,密封保存。样品瓶上应贴上标签,并注明生产企业名称、产品名称、类型、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存备查,保存时间由生产企业根据实际情况而定。

7.4 生产厂应保证每批出厂的高品质片状氢氧化钾产品都符合本标准的要求。

7.5 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,复验结果即使只有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

7.6 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 出厂产品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、类型、等级、净含量、批号或生产日期、本标准编号及 GB 190—2009 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。

8.2 每批出厂的高品质片状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、类型、等级、净含量、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。

9 包装、运输、贮存

9.1 高品质片状氢氧化钾采用双层包装,内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,外包装为聚丙烯涂膜编织袋。每袋净含量为 25 kg,也可根据用户要求进行包装。

包装时,内层用尼龙绳或其他质量相当的绳扎口,外层编织袋用缝包机缝口,缝口牢固,不得有跳线、漏线现象。

高品质片状氢氧化钾也可采用吨包装,集装箱的尺寸和每袋净含量可根据用户的要求进行协商。

9.2 高品质片状氢氧化钾在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、包装破损。

9.3 高品质片状氢氧化钾应贮存在通风、干燥的库房内,防止日晒、受潮,远离易燃物,以防引起燃烧。

10 安全

氢氧化钾具有强腐蚀性,操作场所应防腐,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。

可能接触其粉尘时,必须佩戴头罩型电动送风过滤式防尘呼吸器。

皮肤接触: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。

眼睛接触: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)

本标准与美国军用标准的技术性差异及原因一览表

表 A.1 给出了本标准与美国军用标准 MIL DTL-11751F：2000《氢氧化钾溶液》技术性差异及原因。

表 A.1 本标准与美国军用标准 MIL-DTL-11751F：2000 技术性差异及原因一览表

本标准的 章节编号	技术性差异	原 因
4	本标准按固体产品指标分为 95 %、90 %、75 % 三种规格，每种规格分为优等品和一等品；美国军用标准按溶液浓度分为 3 类	考虑到我国产品的性质及用户要求分规格
5.2	本标准和美国军用标准均设立了 13 项指标，其中设立的四项指标不同：本标准中设钙、镍、铝、硅酸盐四项，美国军用标准设氢氧化铵沉淀物、起泡度、澄清度、不挥发度四项	根据我国产品的性质及用户要求设置指标
6.4.1	美国军用标准测定氢氧化钾含量采用酸碱滴定法；本标准测定氢氧化钾含量采用两种方法，一种是四苯硼钠重量法（仲裁法），另一种是酸碱滴定法	本标准增加了四苯硼钠重量法作为仲裁法，因为该方法是经典方法，生产企业和用户一直认可该方法
6.15	本标准测定硅酸盐含量、铁含量、钠含量、铝含量、钙含量、镍含量增加了 ICP 法。美国军用标准铁含量测定采用目视比色法，钠含量测定采用火焰分光光度法	ICP 法能同时快速检测多个元素，可大大节省时间和人力

附录 B
(资料性附录)

本标准与美国军用标准的结构性差异一览表

表 B.1 给出了本标准与美国军用标准 MIL-DTL-11751F：2000《氢氧化钾溶液》的结构性差异。

表 B.1 本标准与美国军用标准 MIL-DTL-11751F：2000 结构性差异一览表

本标准		美国军用标准	
章节	内容	章节	内容
前言	前言		—
1	范围	1	范围
2	规范性引用文件	2	引用文件
3	分子式和相对分子质量		—
4	要求	3	要求
5	试验方法	4	检验方法
6	检验规则		—
7	标志、标签		—
8	包装、运输、贮存	5	包装
9	安全		—