

ICS 71. 060. 40  
G 11  
备案号:18160—2006

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3815—2006

## 工业离子膜法氢氧化钾溶液

Potassium hydroxide solution by ion exchange  
membrane method for industry use

2006-07-26 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前　　言

请注意本标准的某些内容有可能涉及专利。本标准的发布机构不应承担识别这些专利的责任。

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。

本标准负责起草单位:天津化工研究设计院、江苏光明化工股份有限公司、常熟旋力精细化工厂、邢台矿业集团有限责任公司金牛钾碱分公司。

本标准主要起草人:武莉莉、黄鑫、徐正群、唐国新、黄志杰、范胜华。

# 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技术要求、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、高级洗涤剂和化妆品、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、纸张分量剂等。

分子式：KOH

相对分子质量：56.11(按2001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 190—1990 危险货物包装标志

GB/T 191—2000 包装储运图示标志(eqv ISO 780：1997)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 3051—2000 无机化工产品中氯化物测定的通用方法 称量法(eqv ISO 5790：1979)

GB/T 6680—2003 液体化工产品采样

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

GB/T 7698—2003 工业用氢氧化钠 碳酸盐含量的测定 滴定法

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 分类

离子膜法氢氧化钾溶液按照主含量的不同分为两种类型：I型主含量的质量分数为48%，II型主含量的质量分数为45%。

## 4 要求

4.1 外观：无色透明液体。

4.2 离子膜氢氧化钾溶液应符合表1要求。

表 1 要求

项 目	指 标			
	I型		II型	
	优等品	一等品	优等品	一等品
氢氧化钾(KOH)的质量分数/% ≥	48.0	48.0	45.0	45.0
碳酸钾( $K_2CO_3$ )的质量分数/% ≤	0.1	0.15	0.1	0.15
氯化物(以 Cl 计)的质量分数/% ≤	0.0025	0.0035	0.0023	0.0033
铁(Fe)的质量分数/% ≤	0.00025	0.00035	0.00025	0.00035
钠(Na)的质量分数/% ≤	0.4	0.5	0.38	0.46
钙(Ca)的质量分数/% ≤	0.0002	0.0003	0.0002	0.0003
铝(Al)的质量分数/% ≤	0.0006	0.001	0.0006	0.001
氯酸钾( $KClO_3$ )的质量分数/% ≤	0.002	0.003	0.002	0.003
重金属(以 Pb 计)的质量分数/% ≤	0.001	0.001	0.001	0.001

## 5 试验方法

### 5.1 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。

### 5.2 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 之规定制备。

### 5.3 氢氧化钾和碳酸钾含量的测定(仲裁法)

#### 5.3.1 氢氧化钾含量的测定——四苯硼钠重量法

##### 5.3.1.1 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。

##### 5.3.1.2 试剂

- a) 无水乙醇。
- b) 冰乙酸溶液:1+9。
- c) 四苯硼钠乙醇溶液:0.1 mol/L。

称取 3.4 g 四苯硼钠,溶于 100 mL 无水乙醇中,放置 24 h。使用前用玻璃砂坩埚过滤。

d) 乙醇-四苯硼钾饱和溶液。

称取 1 g 试验所得的四苯硼钾沉淀(5.3.1.5),加 50 mL 无水乙醇、950 mL 水,振摇使之饱和,使用前过滤。

e) 甲基红指示液:1 g/L。

##### 5.3.1.3 仪器、设备

玻璃砂坩埚:孔径 5  $\mu m$ ~15  $\mu m$ 。

##### 5.3.1.4 分析步骤

试验溶液的制备:用称量瓶迅速称取约 80 g 试样,精确至 0.0002 g,置于 250 mL 烧杯中,加适量不含二氧化碳的水溶解。冷却后全部移入 1000 mL 容量瓶中,用不含二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。



### 5.3.2.6 特殊情况

同 GB/T 7698—2003 第 10 章。

## 5.4 氢氧化钾和碳酸钾含量的测定(酸碱滴定法)

### 5.4.1 方法提要

取一份试液,以甲基橙为指示剂,用盐酸标准滴定溶液滴定。另取一份试液,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。由两次滴定结果之差求得碳酸钾含量。

### 5.4.2 试剂

5.4.2.1 氯化钡溶液:100 g/L(用氢氧化钠溶液调节至酚酞指示剂变粉红色)。

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

5.4.2.3 甲基橙指示液:1 g/L。

5.4.2.4 酚酞指示液:10 g/L。

### 5.4.3 分析步骤

用移液管移取两份 50 mL 试验溶液 A(5.3.1.4),分别置于 250 mL 锥形瓶中。取一份加入 10 mL 氯化钡溶液,摇动 2min~3min,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  $V_1$ ,另一份加入 1 滴~2 滴甲基橙指示液用盐酸标准滴定溶液滴定至橙红色,消耗盐酸标准溶液的体积为  $V_2$ 。

### 5.4.4 结果计算

主含量以氢氧化钾(KOH)的质量分数  $w_1$  计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$\begin{aligned} w_1 &= \frac{(V_1/1000)cM_1}{m \times 50/1000} \times 100 - (w_4 \times 2.4406) \\ &= \frac{2V_1cM_1}{m} - (w_4 \times 2.4406) \end{aligned} \quad (3)$$

碳酸钾含量以碳酸钾( $\text{K}_2\text{CO}_3$ )的质量分数  $w_2$  计,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$\begin{aligned} w_2 &= \frac{[(V_2-V_1)/1000]cM_2}{m \times 50/1000} \times 100 \\ &= \frac{2(V_2-V_1)cM_2}{m} \end{aligned} \quad (4)$$

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);

$w_4$ ——5.6 测得的钠(Na)的质量分数的数值,单位为百分数(%);

$m$ ——试料质量的数值,单位为克(g);

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

$M_2$ ——碳酸钾( $1/2\text{K}_2\text{CO}_3$ )的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)( $M_2 = 69.10$ );

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不大于 0.1 %。

## 5.5 氯化物(以 Cl 计)含量的测定

### 5.5.1 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,用二苯偶氮碳酰肼指示剂与过量的 Hg 生成紫红色络合物来判断终点。

### 5.5.2 试剂

5.5.2.1 硝酸溶液:1+1。

5.5.2.2 硝酸溶液:1+15。

5.5.2.3 氢氧化钠溶液:40 g/L。

5.5.2.4 硝酸汞标准滴定溶液: $c[1/2\text{Hg}(\text{NO}_3)_2] \approx 0.01 \text{ mol/L}$ 。

5.5.2.5 溴酚蓝指示液:0.4 g/L。

5.5.2.6 二苯基偶氮碳酰肼指示液:0.25 g/L。

5.5.2.7 标准终点对比溶液:于250 mL锥形瓶中加入100 mL水和3滴溴酚蓝指示液,滴加(1+1)硝酸溶液至黄色,再滴加氢氧化钠溶液至恰呈蓝色,滴加(1+15)硝酸溶液至黄色,过量2滴。加入1 mL二苯偶氮碳酰肼指示液,用0.01 mol/L硝酸汞标准滴定溶液于微量滴定管中滴定至紫红色。此溶液在使用前配制。

### 5.5.3 仪器和设备

微量滴定管:分度值为0.01 mL或0.02 mL。

### 5.5.4 分析步骤

用移液管移取50 mL试验溶液A(5.3.1.4),置于250 mL锥形瓶中,加水至约100 mL。加3滴溴酚蓝指示剂,滴加(1+1)硝酸溶液至黄色,再用氢氧化钠溶液调至恰呈蓝色,然后滴加(1+15)硝酸溶液至黄色,过量2滴,加入1 mL二苯偶氮碳酰肼指示液,用微量滴定管,用0.01 mol/L硝酸汞标准滴定溶液滴定至与标准终点对比溶液相同的紫红色。

### 5.5.5 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,按公式(5)计算:

$$\begin{aligned} w_3 &= \frac{[(V-V_0)/1000]cM}{m \times 50/1000} \times 100 \\ &= \frac{2(V-V_0)cM}{m} \end{aligned} \quad (5)$$

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);

$V_0$ ——标准终点对比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的浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$m$ ——5.3.4.1中所称试料的质量的数值,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0.0001%。

## 5.6 钙、铁、铝、钠含量的测定

### 5.6.1 方法提要

试料用二级水稀释(或酸中和)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。

### 5.6.2 试剂

5.6.2.1 铝、钙、铁、钠单标准溶液:1 g/L光谱级。

5.6.2.2 4种元素标准溶液:单元素标准溶液可按HG/T 3696.2方法配制也可向国家认可的销售标准溶液的单位购买,其质量浓度为1 g/L。

5.6.2.3 4种元素混合标准溶液:分别移取钙、铁、铝、钠的单元素标准溶液,钙、铝为1 mL,铁为5 mL,钠为100 mL,置于1 000 mL容量瓶中,以二级水稀释至刻度,转移到洁净聚乙烯瓶中备用。

5.6.2.4 4种元素混合标准溶液:分别移取0 mL、1 mL、5 mL、10 mL元素混合标准溶液5.6.2.3置于4个100 mL容量瓶中备用。

### 5.6.3 仪器和设备

5.6.3.1 等离子体原子发射光谱仪:氩气纯度不应小于99.9%,以提供稳定清澈的等离子体火焰。在



50 mL 上述溶液,置于 500 mL 容量瓶中,加水至刻度摇匀。该溶液在使用前配制。

### 5.7.3 仪器和设备

一般实验室仪器和分光光度计。

### 5.7.4 分析步骤

#### 5.7.4.1 工作曲线的绘制

在 6 个 100 mL 容量瓶中分别加入 10 mL 的氢氧化钾溶液,分别移入氯酸钾标准溶液 0.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL,再依次加入 2 mL 邻联甲苯胺溶液、10 mL 水、1 滴酚酞指示液,在冷水浴中滴加盐酸进行中和。边加边震荡至溶液无色后,再过量盐酸 30 mL,并稀释至刻度,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。并以氯酸钾含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制出标准曲线。

#### 5.7.4.2 测定

称取 5 g~10 g 试样(称准至 0.01 g)置于 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 邻联甲苯胺溶液、10 mL 水,加 1 滴酚酞指示液在冷水浴中滴加盐酸进行中和。边加边震荡至溶液无色后,再过量 30 mL,并稀释至刻度,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。同时做空白试验。

### 5.7.5 结果计算

氯酸钾含量以氯酸钾( $\text{KClO}_3$ )的质量分数  $w_5$  计,数值以%表示,按公式(7)计算:

$$\begin{aligned} w_5 &= \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-6}}{m} \times 100 \\ &= \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-4}}{m} \end{aligned} \quad (7)$$

式中:

$m_1$ ——样品吸光度对应的氯酸钾质量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_0$ ——空白吸光度对应的氯酸钾质量的数值,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——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 0.0005%。

## 5.8 重金属(以 Pb 计)含量的测定

### 5.8.1 方法提要

在酸性介质中,加入饱和的硫化氢水溶液,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。

### 5.8.2 试剂

#### 5.8.2.1 36%乙酸。

#### 5.8.2.2 硝酸溶液:1+1。

#### 5.8.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

#### 5.8.2.4 氢氧化钠溶液:100 g/L。

#### 5.8.2.5 新制备的饱和硫化氢水溶液。

#### 5.8.2.6 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 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。该溶液使用前制备。

### 5.8.3 仪器

比色管:50 mL。

### 5.8.4 分析步骤

称取(10.00±0.01)g 样品,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 乙酸溶液,将其全部转移至100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取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。静止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,置于另一50 mL 的比色管中,加入约2 mL 乙酸溶液,用移液管加入1.00 mL 铅标准溶液与试样同时同样处理。

## 6 检验规则

6.1 本标准采用型式检验和出厂检验。

6.1.1 型式检验:本标准规定的所有指标为型式检验项目,在正常情况下每三个月进行一次型式检验。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。

6.1.2 出厂检验:本标准规定的氢氧化钾含量、碳酸钾含量、氯化物含量、钠含量为出厂检验项目,应逐批检验。

6.2 以每一贮槽或每一槽车为一批,每批产品不超过60 t。

6.3 按照GB/T 6680—2003 的规定采样。采样时,在贮槽的上中下不同部位采取样品,上部样品应在液面下相当于总体积的1/6 深处,中部相当于总体积的1/2 深处,下部应在液面下,相当于总体积的5/6 深处,总采样量不少于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、产品名称、类别、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份作为试验室样品,另一份保存备查,保留时间由生产厂根据实际需要确定。

6.4 工业氢氧化钾溶液应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。

6.5 使用单位有权按照本标准的规定,对所收到的工业氢氧化钾溶液产品进行验收。验收应在货到之日起一个月内进行。

6.6 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的要求时,则整批产品为不合格。

6.7 采用GB/T 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

## 7 标志和标签

7.1 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、商标、类别、等级、净含量、批号或生产日期本标准编号 GB/T 190—1990 中规定的腐蚀品标志以及GB/T 191—2000 中规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的氢氧化钾溶液都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、产品名称、商标、类别、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的编号。

7.3 出厂产品的包装内应附有符合GB 16483—2000 规定的《化学品安全技术说明书》,并在包装(包括外包装件)上加贴或者拴挂符合GB 15258—1999 规定的《化学品安全标签》。

## 8 包装、运输和贮存

8.1 液体氢氧化钾产品用专用槽车或贮槽装运,包装容器不得污染产品。

8.2 液体氢氧化钾产品应用贮槽或其他密封容器贮存,防止碰撞及与酸性物品接触。

8.3 氢氧化钾是腐蚀品,接触皮肤引起化学烧伤。工作厂房应安装送排风设备,操作人员应配戴防护眼镜,胶皮手套等劳动防护用具,一旦接触皮肤立即用大量水冲洗。

---