

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3688—XXXX
代替 HG/T 3688-2010

高品质片状氢氧化钾

Flaky and high-quality potassium hydroxide

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

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HG/T 3688-2010《高品质片状氢氧化钾》，与HG/T 3688-2010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III型规格（见第4章，见2010年版第5章）；
- b) 更改了氯化物（以Cl计）、镍（Ni）、重金属（以Pb计）指标（见5.2，2010年版的5.2）；
- c) 删除了氢氧化钾含量的测定四苯硼钠重量法（见2010年版6.4.1）；
- d) 删除了硫酸盐（以SO₄计）项目、指标及试验方法（见2014年版的5.2、6.5）；
- e) 更改了氢氧化钾和碳酸钾含量的测定方法（见6.3，2010年版的6.4.2）；
- f) 删除镍（Ni）火焰原子吸收法（见2010年版的6.14）；
- g) 增加了镍（Ni）分光光度法试验方法（见6.7）；
- h) 删除了硅酸盐（SiO₂）、铝（Al）、钙（Ca）的目视比色法（见2010年版6.9、6.12、6.13）；
- i) 增加了磷酸盐（PO₄）电感耦合等离子原子发射光谱法（见6.8）；
- j) 删除了“安全”一章（见2010年版第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无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2000年首次发布为HG/T 3688—2000，2010年第一次修订；

——本次为第二次修订。

高品质片状氢氧化钾

警告：根据GB 12268—2012第6章的规定，本产品属第8类腐蚀性物质，操作时应小心谨慎。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

本文件规定了高品质片状氢氧化钾的分类、要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输和贮存。

本文件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、纸张分量剂、农药制造等。

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208L、210L和216.5L全开口钢桶

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

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 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 12268—2012 危险货物物品名表

GB 12463 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15603 常用化学危险品贮存通则

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

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：56.10（按2022年国际相对原子质量）

5 分类

高品质片状氢氧化钾分为以下两种型号：

—— 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。

6 要求

6.1 外观：白色片状。

6.2 高品质片状氢氧化钾按本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	要 求			
	I 型		II 型	
	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
碳酸钾（K ₂ CO ₃ ）w/% \leq	0.5	0.5	0.5	0.5
氯化物（以 Cl 计）w/% \leq	0.006	0.01	0.005	0.01
硝酸盐及亚硝酸盐（以 N 计）w/% \leq	0.0005	0.0005	0.0005	0.0005
磷酸盐（以 PO ₄ 计）w/% \leq	0.002	0.005	0.002	0.005
硅酸盐（SiO ₃ ）w/% \leq	0.01	0.01	0.01	0.01
铁（Fe）w/% \leq	0.0002	0.0005	0.0002	0.0005
钠（Na）w/% \leq	0.5	1.0	0.5	1.0
铝（Al）w/% \leq	0.001	0.002	0.001	0.002
钙（Ca）w/% \leq	0.002	0.005	0.002	0.005
镍（Ni）w/% \leq	0.0005	0.001	0.0003	0.0005
重金属（以 Pb 计）w/% \leq	0.001	0.001	0.0005	0.0005
注：用户对磷酸盐、钠（Na）、铝（Al）指标无要求时，可不控制。				

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表1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。

7.2 外观检验

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上,目视法判定外观。

7.3 氢氧化钾和碳酸钾含量的测定

7.3.1 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,与碳酸钡反应,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。

7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 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)。

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

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

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

7.3.2.5 无二氧化碳的水。

7.3.2.6 酚酞指示液(10 g/L)。

7.3.3 试验步骤

7.3.3.1 试验溶液 A 的制备

用干燥的称量瓶迅速称取约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,全部转移至1000 mL容量瓶中,用无二氧化碳的水稀释至刻度,摇匀。立即置于1000 mL清洁干燥的塑料瓶中保存。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(电位滴定法、汞量法)、铁含量(电感耦合等离子体原子发射光谱法)、钠含量的测定。

7.3.3.2 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 滴定至溶液淡粉色,用盐酸标准滴定溶液 II 滴

定至恰好无色，准确加入10.00 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 。

7.3.3.3 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：

$$w_1 = \frac{V_1 c_1 M_1 \times 10^{-3}}{m \times (50/1000)} \times 100\% - 2.4402 w_5 \quad \text{..... (1)}$$

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：

$$w_2 = \frac{(V_2 c_2 - V_3 c_3) M_2 \times 10^{-3}}{m \times (50/1000)} \times 100\% \quad \text{..... (2)}$$

式中：

V_1 ——滴定试验溶液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) ($M_1=56.10$)；

m ——试料质量的数值，单位为克 (g)；

w_5 ——由6.8条测得钠的质量分数；

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) ($V_2=10$)；

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) ($M_2=69.10$)；

2.4402——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%。

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第3章。

7.4.1.2 试剂或材料

同GB/T 3050-2000第4章。

7.4.1.3 仪器设备

同GB/T 3050-2000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,加约20 mL水,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10 mL乙醇,总体积不大于40 mL。放入电磁搅拌子,将烧杯放于电磁搅拌器上,开启搅拌器,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E,计算出连续增加的电位 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4.6条规定的式(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(3)计算:

$$w_3 = \frac{(V - V_0)cM \times 10^{-3}}{m \times (10/1000)} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

V ——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_0 ——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 ——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 ——氯(Cl)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) ($M=35.45$)。

m ——试料(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%。

7.4.2 目视比浊法

7.4.2.1 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。

7.4.2.2 试剂或材料

7.4.2.2.1 硝酸溶液: 1+3。

7.4.2.2.2 氯标准溶液: 1 mL 溶液含氯(Cl) 0.1 mg。

移取 10.00 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯(Cl)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。

7.4.2.2.3 硝酸银溶液(17 g/L)。

7.4.2.3 试验步骤

称取 $2.00\text{g} \pm 0.01\text{g}$ 试样,置于 50 mL 比色管中,加 20 mL 水溶解,用硝酸溶液中和,加 1 mL 硝酸银溶液(17 g/L),加水至刻度,摇匀,与暗处放置 10 min。

移取 1.00 mL 氯标准溶液,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，加入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（N）标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

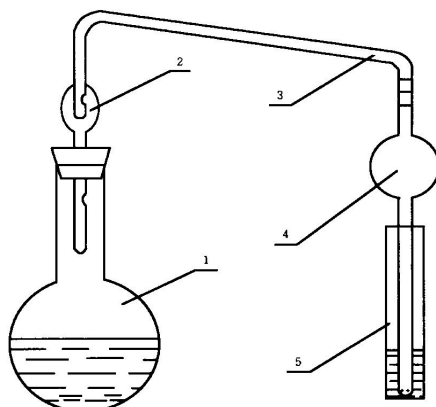
该溶液现用现配。

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标准比色溶液。

标准比色溶液是准确移取2.00 mL氮标准溶液，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。

7.6 磷酸盐含量的测定

7.6.1 目视比色法

按照GB/T 2306-2008的5.8条规定的方法测定。

7.6.2 电感耦合等离子体原子发射光谱法（仲裁法）

见7.10。

7.7 铁含量的测定

7.7.1 1,10-菲罗啉分光光度法（仲裁法）

7.7.1.1 原理

同GB/T 3049—2006第3章。

7.7.1.2 试剂或材料

同GB/T 3049—2006第4章。

7.7.1.3 仪器设备

分光光度计：带有厚度为4 cm或5 cm的比色皿。

7.7.1.4 试验步骤

7.7.1.4.1 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。

7.7.1.4.2 测定

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。以下按照GB/T 3049—2006中6.4规定的步骤从“必要时，加水至60 mL……”开始进行操作。

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。

7.7.1.5 试验数据的处理

铁含量以铁（Fe）的质量分数 w_4 计，按公式（4）计算：

$$w_4 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \cdots \cdots (4)$$

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出试验溶液中铁质量的数值，单位为毫克（mg）；

m_0 ——从标准曲线上查出空白试验溶液中铁质量的数值，单位为毫克（mg）；

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

见7.10。

7.8 钠含量测定

7.8.1 分光光度法

7.8.1.1 原理

在酸性条件下，用火焰发射分光光度计，于波长589 nm处，测定辐射强度，采用标准曲线法测定试样中钠含量。

7.8.1.2 试剂或材料

7.8.1.2.1 盐酸溶液：1+5。

7.8.1.2.2 氯化钾溶液：5 g/L。

7.8.1.2.3 钠标准贮备溶液：1 mL溶液含钠（Na）0.1 mg。

移取10 mL按HG/T 3696.2配制的钠标准溶液，用水稀释至100 mL。

7.8.1.2.4 钠标准溶液：1 mL溶液含0.01 mg Na。

移取10 mL钠标准贮备溶液，用水稀释至100 mL。用于调节火焰发射分光光度计。

7.8.1.2.5 甲基橙指示液（1 g/L）。

7.8.1.2.6 水：符合GB/T 6682—2008表1中规定的二级水。

7.8.1.3 仪器设备

火焰发射分光光度计。

7.8.1.4 试验步骤

7.8.1.4.1 标准曲线的绘制

于4个100 mL容量瓶中，分别加入0(试剂空白溶液)、1.00、2.00、4.00 mL钠标准溶液，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，于波长589 nm处，用水调零，用钠溶液调刻度为100。依次测量上述溶液的吸光度。将所测定的吸光度减去试剂空白溶液的吸光度，以钠的量(mg)为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

7.8.1.4.2 测定

用移液管移取10 mL试验溶液A(7.3.3.1)，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，于波长589 nm处，用水调零，用钠溶液调刻度为100。依次测量试剂空白溶液和试验溶液的吸光度。从标准曲线上查出对应的钠的量。

7.8.1.5 试验数据处理

钠含量以钠 (Na) 的质量分数 w_5 计, 数值以 % 表示, 按公式 (5) 计算:

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0)/1000}{m \times 10/1000 \times 10/100} \times 100 \cdots \cdots (5)$$

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%。

7.8.2 电感耦合等离子体原子发射光谱法 (仲裁法)

见7.10。

7.9 镍含量测定

7.9.1 分光光度法 (仲裁法)

7.9.1.1 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。

7.9.1.2 试剂或材料

7.9.1.2.1 盐酸。

7.9.1.2.2 溴水。

7.9.1.2.3 柠檬酸溶液: 100 g/L。

7.9.1.2.4 丁二酮肟乙醇溶液: 10 g/L。

7.9.1.2.5 氨水溶液: 1+1。

7.9.1.2.6 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 (Ni) 标准贮备溶液, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

7.9.1.3 仪器设备

分光光度计: 带有厚度为2 cm比色皿。

7.9.1.4 试验步骤

7.9.1.4.1 标准曲线绘制

移取0 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, 用氨水溶液调节溶液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。

7.9.1.4.2 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，用氨水溶液调节溶液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。

7.9.1.5 试验数据处理

镍含量以镍（Ni）质量分数 w_6 计，按公式（6）计算：

$$w_6 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad (6)$$

式中：

m_1 ——从标准曲线上查出试验溶液中镍质量的数值，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 %。

7.9.2 电感耦合等离子体原子发射光谱法

见7.10。

7.10 磷酸盐含量、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

7.10.1 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曲线法计算元素的含量。

7.10.2 试剂

7.10.2.1 盐酸溶液：1+1，用优级纯试剂配制。

7.10.2.2 钠标准溶液：1 mL 溶液含钠（Na）1 mg。

7.10.2.3 磷标准溶液：1 mL 溶液含磷（P）0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的磷标准储备溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.4 硅标准溶液：1 mL 溶液含硅（Si）0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硅标准储备溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.5 铁标准溶液：1 mL 溶液含铁（Fe）0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铁标准储备溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.6 铝标准溶液：1 mL 溶液含铝（Al）0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铝标准储备溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.7 钙标准溶液：1 mL 溶液含钙（Ca）0.01 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钙标准储备溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.8 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 配制的镍标准贮备溶液于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.9 二级水：符合 GB/T 6682 规定的二级水。

7.10.3 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99.999%。

7.10.4 试验步骤

7.10.4.1 试验溶液的制备

称取约1.0 g试样，精确至0.000 2 g，用水稀释至刻度，摇匀。置于100 mL烧杯中，加入20 mL水和5 mL盐酸溶液，搅拌至样品溶解后转移至100 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。根据试液中待测元素含量水平可适当调整称样量或将试液进行适当倍数稀释后测定。

7.10.4.2 标准曲线的绘制

分别移取0 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL硅标准溶液，分别置于6个100 mL容量瓶中，各加0.5 mL盐酸，用水稀释至刻度，摇匀。

按表2的要求分别移取相应的杂质标准溶液，置于6个100 mL容量瓶中，加入5 mL盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。

表 2

杂质元素	移取标准溶液的体积/mL					
	1	2	3	4	5	6
钠	0	1.00	2.00	4.00	6.00	8.00
磷	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80
铁	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80
铝	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80
钙	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80
镍	0	0.10	0.20	0.40	0.60	0.80

在仪器最佳的测定条件下，按表3给出的待测元素测定波长，测定标准溶液中硅元素和各杂质元素的光谱强度，以待测元素标准溶液的质量浓度（mg/L）为横坐标，对应的光谱强度为纵坐标分别绘制标准曲线。

表 3

杂质元素	钠	磷	硅	铁	铝	钙	镍
波长/nm	589.592	213.617	252.851	238.204	396.153	317.933	231.604

按照6.8.4.2条相同条件测定试验溶液中各待测元素的光谱强度。从标准曲线上查出待测元素的质量浓度（mg/L）。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。

7.10.5 试验数据处理

待测元素含量以待测元素的质量分数 w_7 计，按公式（7）计算：

$$w_7 = \frac{(\rho - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

硅酸盐含量以质量分数 w_8 计，按公式（8）计算：

$$w_8 = \frac{(\rho - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-3}}{m} \times 2.71 \times 100\% \dots\dots\dots (8)$$

磷酸盐含量以质量分数 w_9 计，按公式（9）计算：

$$w_9 = \frac{(\rho - \rho_0) \times 0.1 \times 10^{-3}}{m} \times 2.55 \times 100\% \dots\dots\dots (9)$$

式中：

ρ ——由标准曲线上查得试验溶液中杂质元素的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

ρ_0 ——由标准曲线上查得空白试验溶液中杂质元素的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

2.71——硅换算为硅酸盐的系数；

2.55——磷换算为磷酸盐的系数；

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：磷酸盐含量不大于0.0005%，硅酸盐含量不大于0.0005%，铁含量不大于0.0001%，钠含量不大于0.05%，铝含量不大于0.0002%，钙含量不大于0.0002%，镍含量不大于0.0001%。

7.11 重金属含量的测定

按照GB/T 2306-2008中5.17条规定的方法测定。

8 检验规则

8.1 本文件采用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) 本文件要求中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：

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

b) 本文件要求中规定的氢氧化钾、碳酸钾、氯化物、钠含量、铁含量、镍含量为出厂检验项目，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形态、同一型号的高品质片状氢氧化钾为一批。高品质片状氢氧化钾产品每批不超过300 t。

8.3 按GB/T 6679规定的采样单元数随机抽样。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。并粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、型号、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 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本文件。

8.5 检验结果如有指标不符合本文件要求，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文件的要求时，则整批产品为不合格。

9 标志、标签和随行文件

9.1 高品质片状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、型号、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、型号、净含量、批号或生产日期和本文件编号。

10 包装、运输、贮存

10.1 高品质片状氢氧化钾采用下列包装方式：

- 高品质片状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》第二十一修订版中的相关规定，包装容器不应污染产品。
- 高品质片状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 中的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、不泄露、不破损。

10.2 高品质片状氢氧化钾在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋、受潮、曝晒、撞击，严禁与酸性物质或挥发性有机物混运，桶包装严禁倒置。

10.3 高品质片状氢氧化钾贮存应符合 GB 15603 要求。应贮存在通风、阴凉、干燥的库房内，防止雨淋、受潮、曝晒，严禁与酸性物质或挥发性有机物混贮，桶包装严禁倒置。