



中华人民共和国国家标准

GB/T 11199—2024

代替 GB/T 11199—2006

高纯氢氧化钠

High-purity sodium hydroxide

2024-03-15 发布

2024-10-01 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 11199—2006《高纯氢氧化钠》，与 GB/T 11199—2006 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 删除了产品等级划分(见 2006 年版的第 4 章)；
- b) 更改了产品技术指标(见 5.2,2006 年版的 4.2)；
- c) 删除了“其他规格(电解液蒸发后所生产的液体氢氧化钠)的质量指标应与 HL-I 的质量指标成相同比例”(见 2006 年版的 4.3)；
- d) 更改了取样(见第 6 章,2006 年版的第 5 章)；
- e) 增加了酸碱滴定法测定碳酸钠质量分数(见 7.3)；
- f) 增加了电位滴定法测定氯化钠质量分数(见 7.4)；
- g) 增加了 ICP 法测定三氧化二铁质量分数(见 7.5)；
- h) 增加了 ICP 法测定二氧化硅质量分数(见 7.6)；
- i) 增加了离子色谱法测定氯酸钠质量分数(见 7.8.2)；
- j) 增加了 ICP 法测定三氧化二铝质量分数(见 7.9)；
- k) 增加了 ICP 法测定氧化钙质量分数(见 7.10)；
- l) 更改了出厂检验项目(见 8.1.3,2006 年版的 7.3)；
- m) 删除了固体高纯氢氧化钠的桶包装(见 2006 年版的 8.2.1)；
- n) 增加了标签(见 9.2)；
- o) 增加了随行文件(见 9.3)。

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：唐山三友氯碱有限责任公司、陕西北元化工集团股份有限公司、福建省东南电化股份有限公司、乳源东阳光电化厂、锦西化工研究院有限公司、东营市赫邦化工有限公司、万华化学(宁波)氯碱有限公司、德州实华化工有限公司、新疆天业(集团)有限公司、浙江嘉化能源化工股份有限公司、四川省金路树脂有限公司、青岛盛瀚色谱技术有限公司、鄂尔多斯市君正能源化工有限公司、万华化学(烟台)氯碱热电有限公司、河南神马氯碱发展有限责任公司、德国斯派克分析仪器公司、江苏达诺尔科技股份有限公司、天津渤化化工发展有限公司、鲁西化工集团股份有限公司、河南省化工研究所有限责任公司、山东金岭集团有限公司。

本文件主要起草人：高旭东、刘彩虹、徐生智、王连华、周宇华、荣兴、邱素芹、欧阳坚、李英丽、王朔、李玲燕、刘晓兵、侯方烁、苏新华、王夕峰、贾永丽、李相美、范钦清、糜贵廷、张艳君、李佳珂、李岩松、齐玉林、黄建民、袁竹青、赵栋。

本文件于 1989 年首次发布，2006 年第一次修订，本次为第二次修订。

高纯氢氧化钠

警示——如果不采取适当的防范措施,本文件所属产品在生产运输、装卸、贮运和使用等过程中可能存在危险。本文件无意对与本产品有关的所有安全问题提出建议。用户在使用本文件之前,有责任建立适当的安全和防范措施,并确定相关规章限制的适用性。

1 范围

本文件规定了高纯氢氧化钠的外观、物化性能等技术要求,描述了相应的取样、试验方法、检验规则、标志、标签、随行文件、包装、运输和贮存。

本文件适用于氯化钠水溶液电解生产的高纯氢氧化钠产品的生产、使用、质量控制。

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 包装储运图示标志
- GB/T 209—2018 工业用氢氧化钠
- GB/T 4348.1 工业用氢氧化钠 氢氧化钠和碳酸钠含量的测定
- GB/T 4348.3 工业用氢氧化钠 铁含量的测定 1,10-菲罗啉分光光度法
- 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 6680 液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 7698 工业用氢氧化钠 碳酸盐含量的测定 滴定法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 11200.1 工业用氢氧化钠 氯酸钠含量的测定 邻-联甲苯胺分光光度法
- GB/T 11200.2 高纯氢氧化钠试验方法 第2部分:三氧化二铝含量的测定 分光光度法
- GB/T 11200.3 高纯氢氧化钠试验方法 第3部分:钙含量的测定 火焰原子吸收法
- GB/T 11213.1 化纤用氢氧化钠 氢氧化钠含量的测定
- GB/T 11213.2 化纤用氢氧化钠 氯化钠含量的测定 分光光度法
- GB/T 11213.4 化纤用氢氧化钠 硅含量的测定 还原硅钼酸盐分光光度法
- GB/T 11213.5 化纤用氢氧化钠 硫酸盐含量的测定
- GB 15258 化学品安全标签编写规定
- GB/T 31197—2014 无机化工产品 杂质阴离子的测定 离子色谱法
- HG/T 3942 工业用氢氧化钠 金属及非金属离子含量的测定 ICP法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 符号

下列符号适用于本文件。

HL:高纯液体氢氧化钠。

HS:高纯固体氢氧化钠。

5 技术要求

5.1 外观:固体(包括片状、粒状、块状等)高纯氢氧化钠主体为白色,有光泽;液体高纯氢氧化钠,无色透明。

5.2 高纯氢氧化钠的技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 高纯氢氧化钠的技术指标

%(质量分数)

项目	产品型号			
	HS- I	HL- I	HL- II	HL- III
氢氧化钠	≥98.5	≥48.0	≥32.0	≥30.0
碳酸钠	≤0.3	≤0.2	≤0.04	≤0.04
氯化钠	≤0.02	≤0.01	≤0.005	≤0.005
三氧化二铁	≤0.001	≤0.000 8	≤0.000 3	≤0.000 3
二氧化硅	≤0.005	≤0.003	≤0.002	≤0.002
氯酸钠	≤0.003	≤0.003	≤0.002	≤0.002
硫酸钠	≤0.01	≤0.002	≤0.002	≤0.002
三氧化二铝	≤0.002	≤0.000 4	≤0.000 4	≤0.000 4
氧化钙	≤0.001	≤0.000 3	≤0.000 3	≤0.000 3

6 取样

6.1 产品按批检验。连续稳定生产的固体高纯氢氧化钠产品以每天或每一生产周期生产量为一批。液体高纯氢氧化钠产品以每个贮槽(罐)或槽(罐)车所盛量或每班生产量为一批。用户以每次收到的同规格同批次的高纯氢氧化钠产品为一批。

6.2 片状、粒状、块状等固体高纯氢氧化钠产品按 GB/T 6678 规定的采样单元数随机抽样,拆开包装袋,按 GB/T 6679 的规定迅速采取有代表性样品,将采取的样品混匀,装于两个清洁、干燥、具塞的聚乙烯瓶中,密封。生产企业可在包装线上采取有代表性的高纯氢氧化钠为实验室样品进行检验。当供需双方对产品质量发生争议时,应以拆袋取样为准。每份样品量不少于 500 g。

6.3 液体高纯氢氧化钠产品按 GB/T 6680 的规定自槽车或贮槽的上、中、下三处采取等量的有代表性样品,将采取的样品混匀,装于两个清洁、干燥、具塞的聚乙烯瓶中,密封。生产企业可在成品槽采样口采样或在进入成品槽前的管线上用自动取样装置或人工采取有代表性的样品。当供需双方对产品质量发生争议时,应以槽车或贮槽经搅拌混匀后从上、中、下三处采取的有代表性的样品为准。每份样品量

不少于 500 mL。

6.4 样品瓶上应贴上标签并注明：生产企业名称、产品名称、型号、批号或生产日期、取样日期及取样人等。

7 试验方法

7.1 外观

自然光下目视观察。

7.2 氢氧化钠质量分数的测定

按 GB/T 4348.1 或 GB/T 11213.1 的规定进行。其中,GB/T 11213.1 为仲裁法。

7.3 碳酸钠质量分数的测定

按 GB/T 4348.1 或 GB/T 7698 的规定进行。其中,GB/T 7698 为仲裁法。

7.4 氯化钠质量分数的测定

按 GB/T 11213.2 或 GB/T 209—2018 中附录 A 的规定进行。其中,GB/T 209—2018 中附录 A 为仲裁法。

7.5 三氧化二铁质量分数的测定

按 GB/T 4348.3 或 HG/T 3942 的规定进行。其中,HG/T 3942 为仲裁法。

7.6 二氧化硅质量分数的测定

按 GB/T 11213.4 或 HG/T 3942 的规定进行。其中,HG/T 3942 为仲裁法。

7.7 硫酸钠质量分数的测定

按 GB/T 11213.5 的规定进行。

7.8 氯酸钠质量分数的测定

7.8.1 分光光度法(仲裁法)

按 GB/T 11200.1 的规定进行。

7.8.2 离子色谱法

7.8.2.1 原理

样品制备成试样溶液后,取适量试样溶液通过进样系统注入离子色谱柱,用适当的淋洗液洗脱,离子交换树脂上的活性交换基团与试样溶液中的离子及淋洗液中的离子发生离子交换作用。随着淋洗液的流动,试样溶液中的阴离子不断发生交换—洗脱—再交换—再洗脱,被测阴离子根据其在色谱柱上的保留特性不同实现分离,最终被淋洗液带到检测器中,检测信号在色谱图上形成高斯分布型色谱峰。在一定的色谱条件下各组分的保留时间固定,以此作为组分离子的定性依据;在一定的浓度范围内组分的峰面积或峰高正比于组分的浓度,以峰面积或峰高作为组分离子的定量依据。

7.8.2.2 试剂或材料

7.8.2.2.1 除非另有说明,在分析中仅使用优级纯试剂和 GB/T 6682 中规定的一级水或相当纯度的水。

7.8.2.2.2 碳酸钠溶液:3.6 mmol/L。

称取 19.08 g 于 270 °C~300 °C 灼烧至恒重的无水碳酸钠(精确到 0.01 g),溶于水中,冷却至室温后,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管量取 5 mL 至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

溶液应储存于聚乙烯或聚四氟乙烯材质的试剂瓶中。

7.8.2.2.3 氢氧化钠溶液:13 mmol/L。

称取 0.52 g 氢氧化钠(精确到 0.01 g),溶于水中,冷却至室温后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

溶液应储存于聚乙烯或聚四氟乙烯材质的试剂瓶中。

7.8.2.2.4 氢氧化钾溶液:13 mmol/L。

称取 0.73 g 氢氧化钾(精确到 0.01 g),溶于水中,冷却至室温后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

溶液应储存于聚乙烯或聚四氟乙烯材质的试剂瓶中。

7.8.2.2.5 氯酸根标准溶液:0.01 mg/mL。

按 GB/T 31197—2014 中 A.1.12、A.2.2 规定的方法配制质量浓度 1 mg/mL 的氯酸根标准溶液,并进行标定。此溶液也可采用有证标准物质。溶液应储存于聚乙烯或聚四氟乙烯材质的试剂瓶中。

用移液管量取 5 mL 摇匀的质量浓度 1 mg/mL 的氯酸根标准溶液至 500 mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。现用现配。

7.8.2.3 仪器设备

7.8.2.3.1 一般实验室仪器。

7.8.2.3.2 电子天平:精度 0.01 g。

7.8.2.3.3 离子色谱仪:符合 GB/T 31197—2014 中第 6 章规定的仪器,配电导检测器、抑制器、色谱工作站、选择使用阴离子交换色谱柱、选配淋洗液发生器。推荐的色谱条件见表 2 和表 3,也可采用其他能达到同等分离程度的色谱条件。

表 2 碳酸盐体系推荐色谱条件

项目	推荐色谱条件
色谱柱	柱长 250 mm,内径 4.6 mm;聚苯乙烯-二乙烯苯聚合物,具有季铵盐功能基,粒径 12 μm,pH 耐受范围 0~14。或相似分离功能的色谱柱
淋洗液	3.6 mmol/L 碳酸钠溶液
淋洗液流速	0.8 mL/min
色谱柱温度	45 °C
检测器温度	45 °C
抑制电流	45 mA
进样体积	25 μL

表 3 氢氧根体系推荐色谱条件

项目	推荐色谱条件
色谱柱	柱长 250 mm, 内径 4.6 mm; 聚苯乙烯-二乙烯苯聚合物, 具有季铵盐功能基, 粒径 10 μm , pH 耐受范围 0~14。或相似分离功能的色谱柱
淋洗液	13 mmol/L 氢氧化钠或氢氧化钾溶液
淋洗液流速	1 mL/min
色谱柱温度	35 $^{\circ}\text{C}$
检测器温度	35 $^{\circ}\text{C}$
抑制电流	45 mA
进样体积	25 μL

7.8.2.3.4 氢柱: 1 mL。

7.8.2.3.5 针式过滤器: 直径 25 mm(可选其他规格), 水系微孔滤膜的孔径 0.45 μm 或 0.22 μm 。

7.8.2.3.6 注射器: 10 mL。

7.8.2.3.7 进样器: 手动进样阀或自动进样器。

7.8.2.4 试验步骤

7.8.2.4.1 标准曲线绘制

7.8.2.4.1.1 用移液管依次量取 0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL、5.0 mL 氯酸根标准溶液至 6 个 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

7.8.2.4.1.2 将各个稀释标准溶液依次定量注入色谱仪, 记录色谱图并测量峰面积(或峰高)。

7.8.2.4.1.3 以所注入的稀释标准溶液中氯酸根含量(mg/L)为横坐标, 其所对应的峰面积(或峰高)为纵坐标绘制工作曲线。

7.8.2.4.2 试样溶液制备

称取相当于氢氧化钠质量 3.0 g~3.5 g 的试样(精确到 0.01 g)于 100 mL 烧杯中溶解, 冷却至室温后, 转移至 500 mL 容量瓶中定容, 摇匀。

7.8.2.4.3 试样溶液测定

7.8.2.4.3.1 预处理

用 15 mL 水通过氢柱, 静置活化至少 20 min, 再用 10 mL 水依次通过氢柱和针式过滤器。或根据氢柱厂商提供的使用说明操作。用注射器吸取 10 mL 试样溶液, 依次通过氢柱和针式过滤器, 流速不超过 1 mL/min。弃去最初流出的 3 倍氢柱体积的流出液, 取 2 mL 流出液作为待测液。

7.8.2.4.3.2 测定

在与绘制标准曲线相同的色谱条件下注入试样溶液, 记录色谱图(典型色谱图见附录 A), 根据测得的峰面积(或峰高)从工作曲线上求得氯酸根的质量浓度, 计算出试样中氯酸钠的质量分数。

7.8.2.4.4 空白试验

用水代替试样溶液, 按 7.8.2.4.3.2 操作。

7.8.2.5 结果计算

氯酸钠(NaClO₃)以质量分数(w)计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w = \frac{(c_1 - c_0)}{m} \times \frac{500}{1\ 000} \times 1.275\ 6 \times \frac{100}{1\ 000} = \frac{0.063\ 78(c_1 - c_0)}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c_1 ——仪器给出的试样溶液中氯酸根质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- c_0 ——仪器给出的空白溶液中氯酸根质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- m ——样品质量,单位为克(g);
- 500 ——制备试样溶液所用容量瓶体积,单位为毫升(mL);
- 1.275 6——氯酸根换算氯酸钠的系数。

7.8.2.6 允许差

两次平行测定结果之差的绝对值不大于 0.000 3%,取两次平行测定结果的算术平均值为报告结果。

7.9 三氧化二铝质量分数的测定

按 GB/T 11200.2 或 HG/T 3942 的规定进行。其中,HG/T 3942 为仲裁法。

7.10 氧化钙质量分数的测定

按 GB/T 11200.3 或 HG/T 3942 的规定进行。其中,HG/T 3942 为仲裁法。

8 检验规则

8.1 检验分类和检验项目

8.1.1 检验分类

检验分为型式检验和出厂检验。

8.1.2 型式检验

型式检验项目为本文件规定的所有检验项目,正常生产情况下,每月应至少进行一次型式检验。如有下述任一情况,应进行型式检验:

- 停产后复产;
- 生产工艺(如材料、工艺条件等)有较大改变;
- 生产装置出现重大波动调整后。

8.1.3 出厂检验

出厂检验项目为外观、氢氧化钠质量分数、氯化钠质量分数。

8.2 判定规则

产品质量指标按 GB/T 8170 中“修约值比较法”判定。

8.3 复检规则

如检验结果有一项指标不符合本文件要求,应重新加倍在包装单元中采取有代表性的样品进行复

检。复检结果中有一项及一项以上指标不符合本文件要求,则判定该批产品为不合格品。

9 标志、标签和随行文件

9.1 标志

出厂的高纯氢氧化钠产品的外包装上应有明显、牢固的标志,内容包括:生产企业名称、地址、产品名称、执行标准号、型号、批号或生产日期、净质量及 GB 190 中规定的“腐蚀性物质”标志。固体高纯氢氧化钠产品还应有 GB/T 191 中规定的“怕雨”标志。

9.2 标签

应符合 GB 15258 的规定。

9.3 随行文件

每批出厂的高纯氢氧化钠产品应由生产企业的质量监督检验部门按本文件的要求进行检验,并附有质量证明文件,内容包括:生产企业名称、产品名称、型号、质量指标、批号或生产日期、本文件编号。

10 包装、运输和贮存

10.1 包装

10.1.1 片状、粒状、块状等固体高纯氢氧化钠产品,内袋宜用聚乙烯、聚丙烯薄膜袋,外袋宜用聚乙烯、聚丙烯编织袋(或复膜袋)或牛皮纸袋。每袋净质量为 25.0 kg。亦可根据供需双方商定,采用适宜的其他包装方式和包装量。包装袋及封口应保证产品在正常贮运中不污染、不泄漏。

10.1.2 液体高纯氢氧化钠产品用专用槽车或贮槽装运,包装容器不应污染产品。

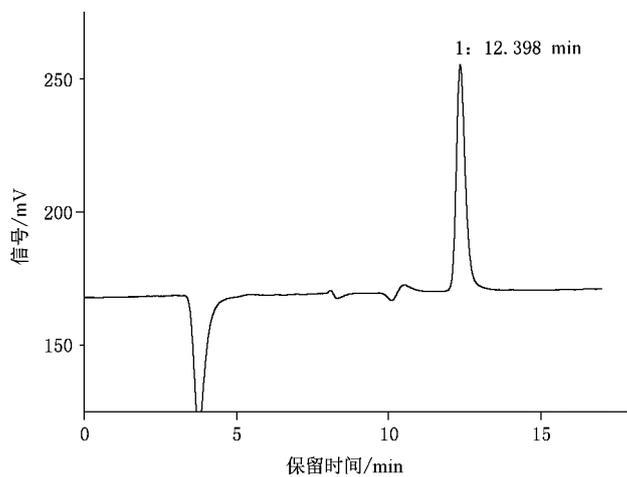
10.2 运输和贮存

10.2.1 运输过程中防止撞击。袋装的高纯氢氧化钠产品避免包装损坏、受潮、污染。不应与酸性物品混装运输。

10.2.2 固体(包括片状、粒状、块状等)高纯氢氧化钠产品应贮存于干燥、清洁的仓库内;液体高纯氢氧化钠产品应用贮槽贮存。防止碰撞及与酸性物品接触。

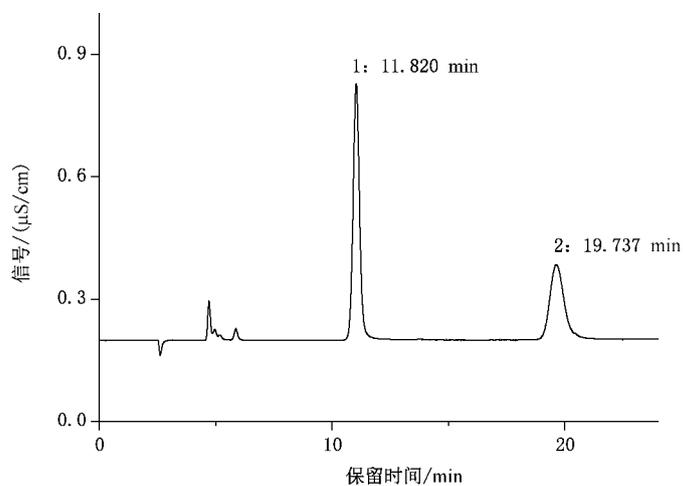
附录 A
(资料性)
氯酸根典型离子色谱图

碳酸盐体系典型色谱图见图 A.1, 氢氧根体系典型色谱图见图 A.2。



标引序号说明：
1——氯酸根。

图 A.1 碳酸盐体系典型色谱图



标引序号说明：
1——氯酸根；
2——碳酸根。

图 A.2 氢氧根体系典型色谱图