



中华人民共和国国家标准

GB/T 1608—2017
代替 GB/T 1608—2008



工业高锰酸钾

Potassium permanganate for industrial use

2017-07-12 发布

2018-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 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 GB/T 1608—2008《工业高锰酸钾》，与 GB/T 1608—2008 相比主要技术差异如下：

- 增加了产品类型，原标准的规格为I型，增加流沙状产品为II型(见第4章、5.2,2008年版的4.2)；
- 增加了指标项目，增加了镉、铬、汞、流动性、水分、粒度指标(见5.2,2008年版的4.2)；
- 增加了试验方法，增加了镉、铬、汞、流动性、水分、粒度指标对应的试验方法(见6.8、6.9、6.10、6.11、6.12、6.13)；
- 调整了高锰酸钾及水不溶物指标(见5.2,2008年版的4.2)。

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技术委员会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准主要起草单位：中海油天津化工研究设计院、重庆昌元化工集团有限公司、云南群星化工有限公司、大同市京元锰业有限公司、白银昌元化工有限公司。

本标准主要起草人：范国强、陈少全、张忠、朱汉群、顾云峰、高红光、张仁义、袁代林。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 1608—1986、GB/T 1608—1997、GB/T 1608—2008。

工业高锰酸钾

警示:按 GB 12268—2012 第 6 章的规定,本产品属于第 5 类 5.1 项氧化性物质,操作时应小心谨慎。使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了工业高锰酸钾的要求、试验方法、检验规则及标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于工业高锰酸钾。该产品主要用于化学工业、冶金工业、环保、农业及养殖等方面,也用作生活水处理剂、防腐剂、消毒剂及制药工业的原料。

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—2009 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6003.1—2012 试验筛 技术要求和检验 第 1 部分:金属丝编织网试验筛

GB/T 6678 化工产品采样总则

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—2009 危险货物运输包装通用技术条件

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

JT 617 汽车运输危险货物规则

水路危险货物运输规则(中华人民共和国交通部)

铁路危险货物运输管理暂行规定(中国铁路总公司)

3 分子式和相对分子质量

分子式:KMnO₄

相对分子质量:158.0(按 2013 年国际相对原子质量)

4 分类

工业高锰酸钾分两个类型：

- I 型产品为粒状或针状；适用于一般行业（通用型）；
- II 型产品为流沙状；适用于生活用水处理及一般行业。

5 要求

5.1 外观：I 型为深紫色，具有金属光泽的粒状、针状结晶。II 型为深紫色，具有金属光泽并带少许白色细颗粒的流沙状结晶。

5.2 工业高锰酸钾本标准规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

项 目		指标			
		I 型		II 型	
		优等品	合格品		
高锰酸钾(KMnO ₄) $\omega/\%$	\geq	99.4	99.2	97.5	
氯化物(以 Cl 计) $\omega/\%$	\leq	0.01	0.02	—	
硫酸盐(以 SO ₄ 计) $\omega/\%$	\leq	0.05	0.10	—	
水不溶物 $\omega/\%$	\leq	0.12	0.15	1.70	
镉(Cd) $\omega/\%$	\leq	—	—	0.005	
铬(Cr) $\omega/\%$	\leq	—	—	0.005	
汞(Hg) $\omega/\%$	\leq	—	—	0.001	
流动性		—	—	通过试验	
水分 $\omega/\%$	\leq	0.5	0.5	0.5	
粒度	425 μm 筛余物 $\omega/\%$	\leq	—	—	20
	75 μm 筛下物 $\omega/\%$	\leq	—	—	7

6 试验方法

6.1 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，操作者须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。使用易燃品时，严禁使用明火加热。

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 中规定的二级水。

试验中所需标准滴定溶液、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 规定制备。

6.3 外观检验

在自然光下,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

6.4 高锰酸钾含量的测定

6.4.1 方法提要

在酸性介质中,高锰酸钾与草酸钠发生氧化-还原反应,终点后微过量的高锰酸钾使溶液呈粉红色。从而确定高锰酸钾含量。

6.4.2 试剂

6.4.2.1 草酸钠:基准试剂。

6.4.2.2 硫酸溶液:1+1。

6.4.3 分析步骤

6.4.3.1 试验溶液的制备

称取约 1.65 g 试样,精确至 0.000 2 g。置于 500 mL 烧杯中,加 300 mL 水,使试样完全溶解。将溶液转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。于暗处放置 1 h 后,取上层清液置于滴定管中。

6.4.3.2 测定

称取预先在 105 °C~110 °C 下干燥至质量恒定的约 0.3 g 草酸钠,精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 锥形瓶中,加 100 mL 水,使其完全溶解,加 6 mL 硫酸溶液。滴加试验溶液,近终点时加热至 70 °C~75 °C,继续滴定至溶液呈粉红色并保持 30 s 不褪色即为终点。同时作空白试验。

6.4.4 结果计算

高锰酸钾含量以高锰酸钾(KMnO₄)的质量分数 w_1 计,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_1}{m(V - V_0)/500} \times \frac{M_1}{M_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——滴定草酸钠所消耗试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验所消耗试验溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m_1 ——草酸钠质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M_1 ——高锰酸钾(1/5KMnO₄)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_1 = 31.60$);

M_2 ——草酸钠(1/2Na₂C₂O₄)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M_2 = 67.00$)。

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 0.2%。

6.5 氯化物含量的测定

6.5.1 方法提要

在酸性介质中,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,使溶液混浊,采用目视比浊法判定试样溶液与标准比浊溶液的浊度,获得测定结果。

6.5.2 试剂

6.5.2.1 30%过氧化氢。

6.5.2.2 硝酸溶液:1+15。

6.5.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。

6.5.2.4 氯化物标准溶液:1 mL 溶液含氯(Cl)0.01 mg,用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 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。此溶液即用即配。

6.5.3 分析步骤

6.5.3.1 试验溶液 A 的制备

称取约 1.0 g 试样,精确至 0.01 g。置于 50 mL 烧杯中,加少量水润湿,加 25 mL 硝酸溶液使试样完全溶解。滴加 30%过氧化氢使颜色褪去,在水浴上蒸发至干。用水溶解残渣,将溶液转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于氯化物、硫酸盐含量的测定。

6.5.3.2 测定

用移液管移取 20 mL 试验溶液 A,置于 50 mL 比色管中,加水至约 40 mL,加 5 mL 硝酸溶液,1 mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 2 min,所呈浊度不应深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的配制:用移液管移取 2 mL(I 型优等品),4 mL(I 型合格品)氯化物标准溶液,与试验溶液 A 同时同样处理。

6.6 硫酸盐含量的测定

6.6.1 方法提要

在酸性介质中,硫酸根离子与钡离子生成难溶的硫酸钡。当硫酸根离子含量较低时,在一定时间内硫酸钡呈悬浮体,溶液浊度与硫酸盐含量成正比,采用目视比浊法判定试样溶液与标准比浊溶液的浊度,获得测定结果。

6.6.2 试剂

6.6.2.1 盐酸溶液:1+4。

6.6.2.2 氯化钡溶液:250 g/L。

6.6.2.3 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO₄)0.01 mg,用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 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。此溶液即用即配。

6.6.3 分析步骤

用移液管移取 10 mL 试验溶液 A,置于 50 mL 比色管中,加水至约 40 mL,加 1 mL 盐酸溶液,1 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置 5 min,所呈浊度不应深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的配制:用移液管移取 5 mL(I 型优等品),10 mL(I 型合格品)硫酸盐标准溶液,与试验溶液 A 同时同样处理。

6.7 水不溶物含量的测定

6.7.1 方法提要

称取一定量的试样溶于水,过滤后,残渣在一定温度条件下干燥至质量恒定,称量后,确定水不溶物

含量。

6.7.2 仪器、设备

6.7.2.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

6.7.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $105\ ^\circ\text{C}\sim 110\ ^\circ\text{C}$ 。

6.7.3 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 250 mL 烧杯中,加 150 mL 水温热溶解。用已预先在 $105\ ^\circ\text{C}\sim 110\ ^\circ\text{C}$ 条件下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚过滤,用水洗涤至滤液无色,将玻璃砂坩埚置于电热恒温干燥箱中,在 $105\ ^\circ\text{C}\sim 110\ ^\circ\text{C}$ 条件下干燥至质量恒定。

6.7.4 结果计算

水不溶物含量以质量分数 w_2 计,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_1 ——水不溶物质量的数值,单位为克(g);

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 0.02%。

6.8 镉含量的测定

6.8.1 原子吸收法(仲裁法)

6.8.1.1 方法提要

同 GB/T 23768—2009 第 4 章。

6.8.1.2 试剂

6.8.1.2.1 30%过氧化氢。

6.8.1.2.2 盐酸溶液:1+4。

6.8.1.2.3 镉标准溶液:1 mL 溶液含镉(Cd)0.01 mg,用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的镉标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液即用即配。

6.8.1.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计,仪器工作条件如下:

——光源:镉空心阴极灯;

——波长:228.8 nm;

——火焰:乙炔-空气。

6.8.1.4 分析步骤

6.8.1.4.1 试验溶液 B 的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.01 g。置于 250 mL 烧杯中,加 150 mL 水溶解,用盐酸溶液调节 $\text{pH}\approx 1$ (用精密 pH 试纸检验)。滴加过氧化氢使颜色褪去。加热蒸发至溶液约为 20 mL,冷却后转移至

100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 B,用于镉含量、铬含量的测定。

6.8.1.4.2 测定

用移液管移取 10 mL 试验溶液 B,共四份。分别置于 4 个 100 mL 容量瓶中,以下操作按 GB/T 23768—2009 中 7.5.2 从“……其中一份不加入被测元素,……”开始进行操作。

6.8.1.5 结果计算

镉含量以镉(Cd)的质量分数 w_3 计,按式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times 10/100} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得镉质量的数值,单位为毫克(mg);

m ——6.8.1.4.1 中所称试料质量的数值,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 0.002%。

6.8.2 ICP 法

按附录 A 给出的方法进行测定。

6.9 铬含量的测定

6.9.1 原子吸收法(仲裁法)

6.9.1.1 方法提要

同 GB/T 23768—2009 第 4 章。

6.9.1.2 试剂

铬标准溶液:1 mL 溶液含铬(Cr)0.01 mg,用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铬标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液即用即配。

6.9.1.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计,仪器工作条件如下:

——光源:铬空心阴极灯;

——波长:357.9 nm;

——火焰:乙炔-空气。

6.9.1.4 分析步骤

用移液管移取 10 mL 试验溶液 B,共四份。分别置于 4 个 100 mL 容量瓶中,以下操作按 GB/T 23768—2009 中 7.5.2 从“……其中一份不加入被测元素,……”开始进行操作。

6.9.1.5 结果计算

铬含量以铬(Cr)的质量分数 w_4 计,按式(4)计算:

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

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得铬质量的数值，单位为毫克(mg)；

m ——6.8.1.4.1 中所称试料质量的数值，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 0.002%。

6.9.2 ICP 法

按附录 A 给出的方法进行测定。

6.10 汞含量的测定

6.10.1 冷原子吸收法(仲裁法)

6.10.1.1 原理

样品溶解在酸性溶液中，所含的汞化合物成离子状态存在。加入还原剂还原成原子态(元素汞蒸气)。通过气流带出汞，进入石英管内，在波长为 253.7 nm 处测定汞。在一定浓度范围其吸收值与汞含量成正比，在工作曲线上查得汞含量。

6.10.1.2 试剂

6.10.1.2.1 盐酸。

6.10.1.2.2 盐酸羟胺溶液：200 g/L。

6.10.1.2.3 硝酸-重铬酸钾溶液，称取 5.0 g 重铬酸钾(优级纯)溶于水中，加入 5 mL 硝酸(优级纯)，用水稀释至 100 mL。

6.10.1.2.4 氯化亚锡溶液：100 g/L。

6.10.1.2.5 汞标准储备溶液：1 mL 溶液含汞(Hg)1.0 mg，称取 0.135 4 g 预先在硫酸干燥器中干燥 24 h 的氯化汞，精确至 0.000 2 g，置于 100 mL 烧杯中，用硝酸-重铬酸钾溶液溶解，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用硝酸-重铬酸钾溶液稀释至刻度，摇匀。置于冰箱内保存，有效期一年。

6.10.1.2.6 汞标准溶液：1 mL 溶液含汞(Hg)20 μg，用移液管移取 2 mL 汞标准储备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用硝酸-重铬酸钾溶液稀释至刻度，摇匀。置于冰箱内保存，有效期一个月。

6.10.1.3 仪器

原子吸收光谱仪：配有汞空心阴极灯、冷原子蒸气发生装置、消解器(聚四氟乙烯材质)或测汞仪。

6.10.1.4 分析步骤

6.10.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 2.5 g 试样(依据仪器灵敏度可增加到 10 g 试样)，精确至 0.01 g。置于 250 mL 烧杯中，加 100 mL 水溶解，在通风良好的通风橱内用盐酸调节 pH≈1(用精密 pH 试纸检验)。滴加盐酸羟胺溶液使颜色褪去。小心加热溶液减少至 100 mL 以下，确保溶液不沸腾。冷却后定量转移到 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.10.1.4.2 空白试验溶液的制备

制备试验溶液的同时，以同样试剂、同样用量和同一方法制备空白试验溶液，只是不加试样，稀释至同体积。

6.10.1.4.3 系列汞标准工作溶液的配制

用移液管向 6 个 100 mL 容量瓶中分别加入 0 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL 汞标准溶液,用水稀释至刻度,摇匀。此为系列汞标准工作溶液。在每一次测定之前,用汞标准溶液配制系列汞标准工作溶液,其浓度范围应覆盖试验溶液中汞的浓度(必要时将汞标准溶液稀释)。

6.10.1.4.4 光谱测量

打开仪器,并将仪器性能调至最佳状态,用移液管分别移取系列汞标准工作溶液各 5 mL,置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中。分别加入 1 mL 氯化亚锡溶液,并立即盖紧还原瓶,通入载气,从仪器读数显示的最高点测得其吸收值。

6.10.1.4.5 工作曲线绘制

从每个汞标准工作溶液的吸收值中减去试剂空白溶液的吸收值,以汞质量(μg)为横坐标,吸收值为纵坐标,绘制工作曲线。

6.10.1.4.6 试样测定

用移液管分别移取试验溶液(见 6.10.1.4.1)和空白试验液(见 6.10.1.4.2)液各 5 mL,置于仪器的汞蒸气发生器的还原瓶中,以下按 6.10.1.4.4 从“分别加入 1 mL 氯化亚锡溶液,……”开始进行操作,测得其吸收值。使用后的汞溶液应按附录 B 的方法回收,集中处理。

注:每次测定以后用水彻底清洗粘在石英管上的氯化亚锡,必要时可用重铬酸钾溶液(5 g/L)清洗一次石英管,再用水洗净。

6.10.1.5 结果计算

汞含量以汞(Hg)的质量分数 w_5 计,按式(5)计算:

$$w_5 = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times 5/100} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的试验溶液中汞质量的数值,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 2%。

6.10.2 ICP 法

按附录 A 给出的方法进行测定。

6.11 流动性试验

6.11.1 方法提要

在试料中加入少量水后,判断其是否能自由通过规定管径的漏斗。

6.11.2 仪器

玻璃漏斗:口径 $\phi 75$ mm、管长 300 mm、管内径 $\phi 12$ mm。

6.11.3 分析步骤

迅速称取约 100 g 试样,精确至 0.01 g。置于 500 mL 干燥的碘量瓶中,用移液管移取 0.75 mL 水,

均匀散布于试样表面。加塞后迅速摇动 3 min 使其充分混匀后,倾倒入玻璃漏斗中,试样能自由通过漏斗即为通过试验。

6.12 水分的测定

6.12.1 方法提要

称取一定量的试样,在一定温度条件下烘干至恒重,称量后,确定水分含量。

6.12.2 仪器、设备

6.12.2.1 扁形称量瓶: $\phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

6.12.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \sim 110 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

6.12.3 分析步骤

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 1 g,置于已预先在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \sim 110 \text{ }^\circ\text{C}$ 条件下干燥至质量恒定的扁形称量瓶中。放置在电热恒温干燥箱中,在 $105 \text{ }^\circ\text{C} \sim 110 \text{ }^\circ\text{C}$ 条件下烘至质量恒定。

6.12.4 结果计算

水分含量以质量分数 w_6 计,按式(6)计算:

$$w_6 = \frac{m_1 - m_0}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

m_1 ——干燥前试料和称量瓶质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——干燥后试料和称量瓶质量的数值,单位为克(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 0.02%。

6.13 粒度的测定

6.13.1 仪器、设备

6.13.1.1 试验筛: $\phi 200 \times 50 - 0.425/0.28$ GB/T 6003.1—2012。

6.13.1.2 试验筛: $\phi 200 \times 50 - 0.075/0.05$ GB/T 6003.1—2012。

6.13.1.3 振筛机:振动频率 200 次/min。

6.13.2 分析步骤

将试验筛(见 6.13.1.1)置于试验筛(见 6.13.1.2)上并装好底盘。称取约 100 g 试样,精确至 0.01 g。置于试验筛(见 6.13.1.1)中,加盖后置于振筛机上振摇 5 min,分别称取试验筛(见 6.13.1.1)筛余物和试验筛(见 6.13.1.2)筛下物的质量。

6.13.3 结果计算

筛余物以 425 μm 筛余物的质量分数 w_7 计,按式(7)计算:

$$w_7 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

m_1 ——425 μm 筛余物质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,单位为克(g)。

筛下物以 75 μm 筛下物的质量分数 w_8 计,按式(8)计算:

$$w_8 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

m_1 ——75 μm 筛下物质量的数值,单位为克(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 0.5%。

7 检验规则

- 7.1 本标准要求中规定的所有项目均为出厂检验项目,应逐批进行检验。
- 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工业高锰酸钾为一批,每批产品不超过 60 t。
- 7.3 按照 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。每一包装为一包装单元。采样时,用采样器将产品表面拨开,在 10 cm 深处采样,从每个选取的包装单元中,取出不少于 50 g 的样品,将所采的样品混匀后按四分法缩分至约 500 g,立即装入两个清洁干燥,带磨口塞的棕色广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、型号、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存备查,保存时间由生产厂根据实际需要确定。
- 7.4 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的采样单元数的包装中采样复验,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品。
- 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 工业高锰酸钾包装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、等级、净含量、批号(或生产日期)、生产许可证号和本标准编号,以及 GB 190—2009 中规定的“氧化剂”标志和 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。
- 8.2 每批出厂的工业高锰酸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、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 工业高锰酸钾产品包装的包装类别应符合 GB 12268—2012 中表 1 的规定,包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的要求。当采用铁路运输时,其包装还应符合《铁路危险货物运输管理暂行规定》的要求。内包装采用聚乙烯塑料袋,包装时将袋内空气排净后,扎紧袋口。工业高锰酸钾产品的包装质量应符合 GB 12463—2009 规定的 II 类包装性能试验。每件净含量为 25 kg 或 50 kg。
- 9.2 工业高锰酸钾运输应符合《铁路危险货物运输管理暂行规定》、JT 617 及《水路危险货物运输规则》的规定。运输过程中应有遮盖物,防止暴晒和雨淋。防止猛烈撞击。防止包装破损。严禁与酸类、易燃物、有机物、还原剂、自燃物品、遇湿易燃物品等同车混运。运输车辆装卸前后,均应彻底清扫、洗净,不应混入有机物、易燃物等杂质。装卸时应轻拿轻放,防止摩擦,严禁撞击。不应倒置。
- 9.3 工业高锰酸钾为强氧化剂,应贮存于阴凉、通风的库房。远离火种、热源。不应与酸类、易燃物、有机物、还原剂、自燃物品、遇湿易燃物品等同仓共贮。

9.4 在符合本标准贮存、运输条件下,工业高锰酸钾自生产之日起,保质期为三年。保质期满后,使用前应检验是否符合本标准的要求。

10 安全

工业高锰酸钾是强氧化剂,遇硫酸、铵盐或过氧化氢能发生爆炸。遇甘油、乙醇能引起自燃。与有机物、还原剂、易燃物如硫、磷等接触或混合时有引起燃烧爆炸的危险。在生产、运输、贮存和使用中需严格执行安全规程,防止事故发生。



附 录 A
(规范性附录)
镉、铬、汞测定方法——ICP-AES 法

A.1 原理

试样由载气带入雾化系统进行雾化,以气溶胶形式进入轴向通道,在高温和惰性氩气气氛中,气溶胶微粒被充分蒸发、原子化、激发和电离。被激发的原子和离子发射出很强的原子谱线和离子谱线,分光检测系统和数据处理系统将各元素发射的特征谱线及其强度经过分光、光电转移、检测 and 数据处理,计算出各元素的含量。

A.2 试剂

A.2.1 30%过氧化氢:优级纯。

A.2.2 硝酸:优级纯。

A.2.3 硝酸溶液:1+3。

A.2.4 氩气:99.99%。

A.2.5 镉国家标准物质:1 mL 溶液含镉(Cd)1 000 μg 。

A.2.6 铬国家标准物质:1 mL 溶液含铬(Cr)1 000 μg 。

A.2.7 汞国家标准物质:1 mL 溶液含汞(Hg)1 000 μg 。

A.2.8 镉、铬、汞混合标准溶液:于 4 个 1 000 mL 容量瓶 1[#]、2[#]、3[#]、4[#] 中,分别加入国家标准物质:镉 0 mL,铬 0 mL,汞 0 mL;国家标准物质:镉 1.00 mL,铬 2.00 mL,汞 2.00 mL;国家标准物质:镉 2.00 mL,铬 4.00 mL,汞 4.00 mL;国家标准物质:镉 3.00 mL,铬 6.00 mL,汞 6.00 mL。再各加入 20 mL 硝酸,用水稀释至刻度,摇匀备用。此为混合标准溶液系列。

A.2.9 水:一级。

A.3 仪器、设备

A.3.1 仪器

电感耦合等离子体原子发射光谱仪。

A.3.2 仪器工作条件

A.3.2.1 功率:1.1 kW。

A.3.2.2 氩气:冷却气 16 L/min~18 L/min,辅助气 0.2 L/min~0.5 L/min。

A.3.2.3 双铂网雾化器压力:53 psi(365 kPa)。

A.3.2.4 样品提升量:0.6 mL/min。

A.3.2.5 提升时间 30 s~35 s。

A.3.2.6 清洗时间 30 s~60 s。

A.3.2.7 积分时间:1.0 s。

A.3.2.8 谱线波长: Cd 波长为 214.438 nm; Cr 波长为 206.149 nm; Hg 波长为 194.163 nm。

A.4 分析步骤

A.4.1 试验溶液的制备

称取约 4.0 g 试样,精确至 0.000 2 g,置于 100 mL 烧杯中,加少量水润湿,加 30 mL 硝酸溶液,滴加 30% 过氧化氢使颜色褪去,在水浴上蒸发至黏稠状,冷却至室温,转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

A.4.2 镉、铬、汞含量测定

分别移取 25.00 mL 试验溶液于 4 个 100 mL 容量瓶中,在第一个容量瓶中加入 1 # 标准溶液 1.00 mL、第二个容量瓶中加入 2 # 标准溶液 1.00 mL……,以此类推,用水稀释至刻度,摇匀。在 A.3.2 规定的仪器工作条件下,将上述系列溶液导入电感耦合等离子体发射光谱仪,采用标准加入法测定镉、铬、汞的浓度。

A.5 结果计算

镉、铬、汞 3 种元素的质量分数以 ω_m 计,3 种元素的质量分数按式(A.1) 分别计算:

$$\omega_m = \frac{c_n \times 10^{-6} \times 100 \times 10^{-3}}{\frac{25}{100} \times m} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

c_n ——A.4.2 测得的镉、铬、汞各元素的浓度,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

m ——试样的质量的数值,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相对差不大于 15%。

附 录 B
(规范性附录)
含汞废液的处理方法

B.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。

B.2 试剂

B.2.1 硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)。

B.2.2 30%过氧化氢。

B.2.3 氢氧化钠溶液:400 g/L。

B.3 处理步骤

将汞废液收集于约 50 L 的容器中,当汞废液达约 40 L 时,依次加入 400 mL 氢氧化钠溶液、100 g 硫化钠,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。
