

前 言

本标准优等品等同采用俄罗斯标准 ГОСТ 2548:1977(1992)《工业铬酸酐技术条件》中的 A 级,一等品、合格品优于俄罗斯标准中的 B 级、B 级。

试验方法中除硫酸盐含量的测定俄罗斯标准采用光电比色法,本标准采用目视比浊法外,其他项目的测定方法均等同采用俄罗斯标准 ГОСТ 2548:1977(1992)中规定的方法。

本标准与原国标相比:

扩大了标准的适用范围;

调整了水不溶物含量指标;

在试验操作细节做相应的改进,使之更严谨完善;

增大了批量,增加包装规格;

增加了测定水不溶物后玻璃砂坩埚的处理方法,作为附录 A。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 1610—1989。

附录 A 为标准的附录。

本标准由中华人民共和国化学工业部提出。

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归口。

本标准起草单位:化工部天津化工研究设计院、济南裕兴化工总厂、重庆农药化工集团有限公司、河北铬盐化工有限公司、冶钢集团黄石无机盐厂。

本标准主要起草人:刘淑英、都 健、玄曼玲、韩英魁、程西川、杨春玉。

本标准于 1979 年首次发布,1989 年第一次修订。

本标准委托全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会负责解释。

中华人民共和国国家标准

工业铬酸酐

Chromic anhydride for industrial use

GB/T 1610—1999

代替 GB/T 1610—1989

1 范围

本标准规定了工业铬酸酐的要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存和安全。

本标准适用于工业铬酸酐。该产品主要用于电镀、制造颜料及制造氧化触媒的原料、氧化剂、织物媒染等。

分子式: CrO_3

相对分子质量: 99.99 (按 1997 年相对原子质量)

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB 191—1990 包装储运图示标志

GB 325—1991 包装容器 钢桶

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678—1986 化工产品采样总则

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

3 要求

3.1 外观:紫红色片状物。

3.2 工业铬酸酐应符合表 1 要求

表 1 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
铬酸酐(CrO_3)含量, % $\geq$	99.7	99.5	99.0
水不溶物含量, % $\leq$	0.02	0.05	0.10
硫酸盐(以 SO_4 计)含量, % $\leq$	0.06	0.15	0.30
钠(Na)含量, % $\leq$	0.05	—	—

4 试验方法

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 中规定的三级水。

试验中所用杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

安全提示:试验中所用的硫酸、磷酸、盐酸均为腐蚀品,操作时应小心。

4.1 铬酸酐含量的测定

4.1.1 方法提要

在酸性介质中,二价铁离子与六价铬离子发生氧化还原反应,根据硫酸亚铁铵标准滴定溶液的消耗量测定铬酸酐含量。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 磷酸;

4.1.2.2 硫酸溶液:1+4;

4.1.2.3 硫酸溶液:1+8;

4.1.2.4 无水碳酸钠溶液:2 g/L;

4.1.2.5 邻苯氨基苯甲酸指示液:1 g/L;

配制:称取 0.1 g 邻苯氨基苯甲酸,溶于 100 mL (2 g/L) 碳酸钠溶液中。

4.1.2.6 二苯胺磺酸钠指示液:5 g/L;

4.1.2.7 基准重铬酸钾溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)$ 约为 0.15 mol/L;

配制:称取约 7.5 g 于 105~110℃ 烘干至恒重的基准重铬酸钾,精确至 0.000 2 g,用水溶解于 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。

基准重铬酸钾溶液浓度 c_1 按式(1)计算:

$$c_1(1/6K_2Cr_2O_7) = \frac{m}{49.03 \times V} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m ——称取基准重铬酸钾的质量, g;

49.03——重铬酸钾($1/6K_2Cr_2O_7$)的摩尔质量, g/mol;

V ——容量瓶容积, L。

4.1.2.8 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c(Fe(NH_4)_2(SO_4)_2)$ 约为 0.2 mol/L。

配制:称取约 80 g 硫酸亚铁铵($Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$),溶于 300 mL (1+8) 硫酸溶液中,再加入 700 mL 水。摇匀。该溶液使用时标定。

标定:用移液管移取 25 mL 基准重铬酸钾溶液置于 500 mL 锥形瓶中,加入 150 mL 水, 15 mL (1+4) 硫酸溶液, 5 mL 磷酸,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至黄绿色,然后加入 1 mL 邻苯氨基苯甲酸指示液,继续滴定至紫红色变为绿色为终点。

硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度 c 按式(2)计算:

$$c = \frac{V_1 \cdot c_1}{V} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: V_1 ——移取的基准重铬酸钾溶液的体积, mL;

c_1 ——基准重铬酸钾溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积, mL。

4.1.3 分析步骤

称取约 5 g 于 105~110℃ 烘干至恒重的试样,精确至 0.000 2 g。加水溶解,全部移入 500 mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL 试验溶液置于 500 mL 锥形瓶中,加 150 mL 水、15 mL (1+4) 硫酸溶液, 5 mL 磷酸,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液呈黄绿色,加入 1 mL 邻苯氨基苯

甲酸指示液,或5滴二苯胺磺酸钠指示液,继续滴定至紫红色变为绿色为终点,同时做空白试验。

如有争议,以邻苯氨基苯甲酸指示液为仲裁法。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的铬酸酐(CrO_3)含量(X_1)按式(3)计算:

$$X_1 = \frac{(V - V_0)c \times 0.03333}{m \times \frac{25}{500}} \times 100 = \frac{66.66 \times (V - V_0)c}{m} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: V ——滴定试验溶液所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白溶液所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料的质量, g;

0.03333——与1.00 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液 [$c(\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的铬酸酐的质量。

4.1.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

4.2 水不溶物含量的测定

4.2.1 仪器、设备

4.2.1.1 玻璃砂坩埚:孔径 $\phi 5 \sim 15 \mu\text{m}$;

4.2.1.2 电烘箱:温度能控制在 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 。

4.2.2 分析步骤

称取约10~50 g 试样,精确至0.0002 g,置于400 mL 烧杯中,根据称样量,对应加水150~300 mL,盖上表面皿,加热至沸。在沸水浴中保温1 h,用预先烘至恒重的玻璃砂坩埚抽滤,用热水洗涤至滤板无色,将玻璃砂坩埚连同水不溶物于 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 烘至恒重。

测定水不溶物后玻璃砂坩埚的处理方法见附录A(标准的附录)。

4.2.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量(X_2)按式(4)计算:

$$X_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: m_1 ——玻璃砂坩埚和水不溶物的质量, g;

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量, g;

m ——试料的质量, g。

4.2.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,平行测定结果的绝对差值不大于0.008%。

4.3 硫酸盐含量的测定

4.3.1 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,与标准溶液比浊。

4.3.2 试剂和材料

4.3.2.1 氯化钡;

4.3.2.2 盐酸溶液:1+1;

4.3.2.3 氯化钡溶液:100 g/L;

4.3.2.4 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含有0.05 mgSO_4 。

配制:按GB/T 602 配制0.100 mgSO_4/mL 后准确稀释1倍使用。

4.3.2.5 不含硫酸根的铬酸酐溶液:1 mL 溶液含有0.05 gCrO_3 。

配制:称量约 50 g 工业铬酸酐,精确至 0.01 g,置于 500 mL 烧杯中,加 300 mL 水溶解,加热至沸,加入 4 g 氯化钡,保持沸腾 10 min,静置过夜,用孔径 $\phi 5 \sim 15 \mu\text{m}$ 玻璃砂坩埚抽滤,滤液注入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度摇匀。

4.3.3 分析步骤

称取 (10.0 ± 0.01) g 或 (12.5 ± 0.01) g 试样,置于 500 mL 烧杯中,加 100 mL 水溶解,加热至沸后,再煮沸 10 min,取出冷至室温,转移至 200 mL 或 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用热水洗净的定性慢速滤纸过滤,弃去初使 50 mL 滤液,用移液管移取 5 mL 滤液,置于 50 mL 的 1 号比色管中,用移液管移取 5 mL 盐酸溶液、5 mL 氯化钡溶液,摇匀。加水使溶液体积至 50 mL,摇匀。在 $30 \sim 40^\circ\text{C}$ 水浴中放置 30 min,其浊度不大于硫酸盐标准比浊溶液。

硫酸盐标准比浊溶液的制备:另取 2 号、3 号、4 号 50 mL 比色管分别用移液管移取 5 mL 不含硫酸根的铬酸酐溶液,各比色管分别依次用移液管移取 5 mL 盐酸溶液、5 mL 氯化钡溶液,摇匀。然后向 2 号、3 号、4 号比色管分别移入 3.00 mL、7.50 mL、15.00 mL 硫酸盐标准溶液,与试验溶液同时同样处理。

生产厂可根据实际需要,制备不同的标准比浊溶液,以较精确测出试样中硫酸盐含量。

4.4 钠含量的测定

4.4.1 方法提要

在原子吸收分光光度计上,于 589 nm 处,采用标准加入法测定试样中钠含量。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 钠标准溶液:1 mL 溶液含 0.1 mgNa;

4.4.3 仪器、设备

4.4.3.1 原子吸收分光光度计:配有钠空心阴极灯。

4.4.4 分析步骤

称取 (1.00 ± 0.01) g 试样,置于 100 mL 容量瓶中,加水溶解,用水稀释至刻度,摇匀。必要时干过滤。用移液管分别移取 10 mL 试验溶液置于四个 100 mL 容量瓶中,于 2 号、3 号、4 号容量瓶中分别移入 1.00、2.00、3.00 mL 钠标准溶液,各容量瓶分别用水稀释至刻度,摇匀。在原子吸收分光光度计上,于波长 589 nm 处,空气-乙炔火焰,用水调零,测定其吸光度。

以测定液中加入钠的含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,将曲线反向延长与横坐标相交处,即为测定液中钠含量。

4.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的钠(Na)含量(X_3)按式(5)计算:

$$X_3 = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m \times \frac{10}{100}} \times 100 = \frac{m_1}{m} \dots\dots\dots (5)$$

式中: m_1 ——从曲线上查出试验溶液中的含钠量,mg;

m ——试料的质量,g。

4.4.6 允许差

取两次测定结果的平均值为测定结果,平行测定结果之差不大于 0.005%。

5 检验规则

5.1 本标准规定的所有项目为出厂检验。

5.2 每批产品不超过 50 t。

5.3 按照 GB/T 6678—1986 的 6.6 的规定确定采样单元数。每一铁桶为一包装单元。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广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶作为实验室样品,另一瓶保存三个月备查,出口产品保存六个月,备查。

5.4 工业铬酸酐应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的要求进行检验,生产厂应保证每批出厂的产品都符合本标准的要求。

5.5 试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。

5.6 采用 GB 1250—1989 的 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

6 标志、标签

6.1 工业铬酸酐包装铁桶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、等级、净含量、批号或生产日期和本标准编号,以及 GB 190 中规定的标志 11“氧化剂”标志、标志 14“有毒品”标志和 GB 191 中规定的标志 3“向上”标志。

6.2 每批出厂的工业铬酸酐都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、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。

7 包装、运输、贮存

7.1 工业铬酸酐采用 GB 325 中的全开口钢桶中的直开口钢桶包装,其规格尺寸符合 GB 325—1991 中表 3 规定,钢桶厚度符合 GB 325 中轻型桶的规定。每桶净含量为 25 kg、50 kg 和 100 kg。

7.2 工业铬酸酐在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、包装破损,不得倒置。禁止与易燃物和有机物共运。

7.3 工业铬酸酐应贮存在通风、干燥的库房内,防止日晒、受潮,防击、远离易燃物,禁止与有机物同仓共贮。

7.4 在符合本标准贮存运输条件下,工业铬酸酐产品贮存期为一年。贮存期满后,使用前应检验是否符合本标准的要求。

8 安全

8.1 铬酸酐是强氧化剂,当它和易燃物接触时,会引起着火或爆炸。

8.2 铬酸酐有毒,当空气中铬酸酐含量超过允许浓度时,可能会引起鼻粘膜溃烂,皮肤上有破口时,会造成不易全愈的溃烂;眼睛受到侵害时,会发生结膜炎,还可能失明。铬酸酐吸入体内会引起严重中毒。

8.3 凡与铬酸酐接触的工人,必须遵守下列基本规则:

工作前必须穿着符合标准规范的工作服;必须使用个人专用的保护面罩;在工作时经常注意通风装置的正常运行;遵守个人卫生规则;工作结束务必淋浴;皮肤上有破伤处应涂敷防护药膏。

附 录 A

(标准的附录)

测定水不溶物后玻璃砂坩埚处理方法

A1 试剂和材料

A1.1 盐酸溶液:1+4;

A1.2 氨水-乙二胺四乙酸二钠(EDTA)混合溶液:

制备:100 g 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)溶解于 1 000 mL(1+9)氨水溶液中。

A2 处理方法

将测定水不溶物后玻璃砂坩埚先用盐酸溶液煮沸 30 min,用水洗净。再用氨水-乙二胺四乙酸二钠(EDTA)混合溶液煮沸 30 min,用水洗净,用热水抽滤后烘干至恒重使用。
