

前 言

本标准中,优等品等效采用俄罗斯标准 ГОСТ 2912:1979(1995) 工业氧化铬技术条件。

本标准与 ГОСТ 2912:1979(1995)的主要差异为:

- 1 ГОСТ 2912:1979(1995)分为三类:颜料用、磨料用、冶金用。颜料用、磨料用各分两级,冶金用分三级。本标准按用途分成两类:颜料用、磨料用。因目前国内无生产和使用未设冶金用。每类中各分三级:优等品、一等品、合格品。
- 2 ГОСТ 2912:1979(1995)颜料用设 8 项指标、磨料用设 5 项指标。本标准根据用户要求,颜料用也设 8 项指标,其中遮盖力未设而增设吸油量。磨料用设 5 项指标,其中抛光能力和抛光后表面粗糙度未设,而增设用户有要求的吸油量和筛余物指标。
- 3 试验方法中的三氧化二铬含量的测定参照 ГОСТ 2912:1979(1995)采用硫酸亚铁铵法,其中三价铬的氧化,俄罗斯标准采用加过氧化氢氧化,本标准采用加强氧化剂氧化。其他项目的测定方法均采用我国有关标准。

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准起草单位:化学工业部天津化工研究院、湖南长沙铬盐厂、河北铬盐厂、天津同生化工厂、重庆东风化工厂、内蒙黄河皮革化工总厂、上海化工应用研究所。

本标准主要起草人:刘淑英、邵震球、倪本云、韩贵珍、肖乃萍、都健、梁群环。

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2775—1996

工业三氧化二铬

1 范围

本标准规定了工业三氧化二铬的要求、采样、试验方法以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于热分解法、还原法制得的工业三氧化二铬(又名氧化铬绿)。该产品主要用于陶瓷、搪瓷、玻璃的着色剂,也用于制抛光膏、油漆、颜料和有机合成的铬催化剂等。

分子式: Cr_2O_3

相对分子质量:151.99(按1991年国际相对原子质量)

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 191—1990 包装储运图示标志

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602—1988 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 603—1988 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 1250—1989 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 1717—1986 颜料水悬浮液 pH 的测定值(eqv ISO 787-9:1981)

GB/T 1864—1980 颜料颜色的测定(eqv ISO 787-1:1982)

GB/T 5211.2—1985 颜料水溶物测定 热萃取法(neq ISO 787-3:1979)

GB/T 5211.3—85 颜料在105℃挥发物的测定(eqv ISO 787-2:1981)

GB/T 5211.15—1988 颜料吸油量的测定(eqv ISO 787-5:1980)

GB/T 5211.18—1988 颜料筛余物的测定 水法 手工操作(neq ISO 787-7:1981)

GB/T 5211.19—1988 着色颜料的相对着色力和冲淡色的测定 目视比较法(eqv ISO 787-16:1986)

GB/T 6003—1985 试验筛

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)

GB/T 8946—1988 塑料编织袋

GB/T 8947—1988 复合塑料编织袋

3 产品分类

工业三氧化二铬按用途分成两类:Ⅰ类产品为颜料用,Ⅱ类产品为磨料用。

4 要求

4.1 外观:翠绿色或暗绿色粉末。

4.2 工业三氧化二铬应符合表 1 要求：

表 1 要求

项 目		指 标					
		I 类 颜料用			II 类 磨料用		
		优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
三氧化二铬(Cr ₂ O ₃)含量, %	≥	99.0	98.0	97.0	99.0	98.0	97.0
水分, %	≤	0.15	0.30	0.50	0.15	0.30	0.50
水溶物含量, %	≤	0.1	0.4	0.7	0.2	0.4	0.7
水溶液 pH		6~8	5~8		不规定		
吸油量, g/100 g		15~25			≤20	≤25	
色光		符合要求			不规定		
相对着色力, %		符合要求			不规定		
筛余物 45 μm, %	≤	0.1	0.3	0.5	0.3	0.5	75 μm 0.5
注: 色光标准和相对着色力标准由生产厂与用户协商。							

5 采样

5.1 每批产品不超过 10 t。

5.2 按照 GB/T 6678 的 6.6 的规定确定采样单元数。每一塑料编织袋或铁桶为一包装单元。采样时,将采样器斜插至料层深度 3/4 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、类别、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。

5.3 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核验,核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。

6 试验方法

6.1 采用 GB/T 1250 中 5.2 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合标准。

6.2 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。试验中所用标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其它要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

6.3 三氧化二铬含量的测定

6.3.1 方法提要

将试样中的三价铬氧化成六价铬,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三氧化二铬含量。

6.3.2 试剂和材料

6.3.2.1 硫磷混合酸溶液:磷酸+硫酸:6+4;

6.3.2.2 硫磷混合酸水溶液:磷酸+硫酸+水:1+1+4;

6.3.2.3 高氯酸;

6.3.2.4 硝酸银溶液:25 g/L;

6.3.2.5 过硫酸铵;

6.3.2.6 邻苯氨基苯甲酸溶液: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。

6.3.2.7 重铬酸钾基准溶液: $c(1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ 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。

重铬酸钾基准溶液浓度 c_1 按式(1)计算:

$$c_1 \left(\frac{1}{6} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \right) = \frac{m}{49.03} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: m ——称取基准重铬酸钾的质量, g;

49.03——重铬酸钾 $\left(\frac{1}{6} \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \right)$ 的摩尔质量, g/mol。

6.3.2.8 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2]$ 约为 0.2 mol/L。

配制:称取约 80 g 硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,溶于 300 mL(1+8)硫酸溶液中,再加入 700 mL 水,摇匀。该溶液使用前标定。

标定:用移液管移取 25 mL 重铬酸钾基准溶液置于 500 mL 锥形瓶中,加入 150 mL 水、20 mL 硫磷混合酸水溶液(6.3.2.2),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亮绿色为终点。

硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度 c 按式(2)计算:

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

式中: V_1 ——重铬酸钾基准溶液的体积, mL;

c_1 ——重铬酸钾基准溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积, mL。

6.3.3 分析步骤

称取约 0.2 g 试样(精确至 0.000 2 g),置于 500 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 硫磷混合酸溶液(6.3.2.1),2 mL 高氯酸于电炉上加热至溶液透明,底部无绿色颗粒。取下冷却至室温,加 150 mL 水,5 mL 硝酸银溶液,4 g~5 g 过硫酸铵,摇动,使其溶解静置 5 min 后,继续加热至小泡转为大泡(破坏过量的氧化剂),保持 10 min。取下冷至室温,加水稀释至 200 mL,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,继续滴定至溶液呈亮绿色为终点,同时作空白试验。

6.3.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的三氧化二铬(Cr_2O_3)含量 X_1 按式(3)计算:

$$X_1 = \frac{(V - V_0)c \times 0.025\ 33}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

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 ——试料质量, g;

0.025 33——与 1.00 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液 $\{c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2]=1.000 \text{ mol/L}\}$ 相当的以克表示的三氧化二铬的质量。

6.3.5 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 0.3%。

6.4 水分的测定

按 GB/T 5211.3 的规定进行。

6.5 水溶物含量的测定

按 GB/T 5211.2 的规定进行。

6.6 水溶液 pH 的测定

按 GB/T 1717 的规定进行。

6.7 吸油量的测定

按 GB/T 5211.15 的规定进行。

6.8 色光的测定

按 GB/T 1864 的规定进行。

6.9 相对着色力的测定

按 GB/T 5211.19 的规定进行。

6.10 筛余物的测定

6.10.1 方法提要

试料通过一定孔径的筛子后,剩余物质量与试样质量的百分比。

6.10.2 仪器、设备

试验筛(GB/T 6003):R 40/3 系列, $\phi 70\text{ mm} \times 40\text{ mm}/45\text{ }\mu\text{m}$ 、 $\phi 70\text{ mm} \times 40\text{ mm}/75\text{ }\mu\text{m}$ 。

其他按 GB/T 5211.18 第 3 章。

6.10.3 分析步骤

称取约 10 g 试样(精确至 0.01 g),置于用 95%(V/V)乙醇润湿过的已恒重的筛内,再用乙醇将试样润湿,手持筛子上端,将筛低浸入水中,用中指羊毛笔轻轻刷洗,直至在水中无颜料颗粒。用水冲洗两次,用乙醇洗一次,置于 105℃~110℃烘箱中烘干 2 h。冷却后称量,直至恒重。

6.10.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的筛余物含量 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 ——试料的质量, g;

m_1 ——试验筛和剩余物的质量, g;

m_2 ——试验筛的质量, g。

6.10.5 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 0.05%。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 工业三氧化二铬包装袋或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、类别、等级、净重、批号或生产日期和本标准编号,以及 GB 191 中规定的“向上”标志(铁桶包装)、“怕湿”标志。

7.2 每批出厂的工业三氧化二铬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、类别、等级、净重、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。

7.3 工业三氧化二铬可采用内衬塑料袋的聚丙烯编织袋包装,也可采用内衬塑料袋的铁桶包装。采用编织袋包装:内包装用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度为不小于 0.08 mm,外包装采用聚丙烯编织袋,其性能和检验方法应符合 GB/T 8946 B 型的有关规定。该产品每袋净重 25 kg 或 50 kg。采用铁桶包装:内包装用聚乙烯塑料薄膜袋,厚度为 0.05 mm,外包装采用专用密封、全开口铁桶,铁桶壁厚不小于 0.5 mm。每桶净重 50 kg。

采用编织袋包装时,将工业三氧化二铬装入内衬聚乙烯塑料薄膜袋的聚丙烯编织袋内,并将袋内余气排出。内袋用线绳捆扎两次袋口,扎紧,外袋在距袋上端不小于 17 mm 处,用缝包机缝合,针距 6 mm~7 mm,缝线整齐,针距均匀,无漏缝和跳线现象。

采用铁桶包装时,将工业三氧化二铬装入内衬聚乙烯塑料薄膜袋的铁桶内,并将袋内余气排出。内袋用线绳捆扎两次袋口,扎紧,盖好桶盖,密封。

7.4 工业三氧化二铬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。

7.5 工业三氧化二铬应贮存在通风、干燥的库房内,防止日晒、受潮。
