

ICS 71.060.20
G 13



中华人民共和国国家标准

GB 1610—2009
代替 GB/T 1610—1999

工业铬酸酐

Chromium trioxide for industrial use

2009-06-02 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准第7章、第8章、9.2、9.3为强制性,其余为推荐性。

本标准修改采用ГОСТ 2548:1977(1992第三次修改)《工业铬酸酐》。

考虑到我国国情,在采用ГОСТ 2548:1977(1992第三次修改)《工业铬酸酐》时,本标准做了一些修改。有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。技术性差异、结构性差异及其原因参见附录A及附录B。

本标准代替GB/T 1610—1999《工业铬酸酐》。

本标准与GB/T 1610—1999相比,主要变化如下:

——本标准由推荐性改为强制性。

——提高了铬酸酐主含量、硫酸盐含量、水不溶物、钠含量指标要求,增加浊度的要求(1999版3.2,本版4.2)。

——试验方法中铬酸酐含量的测定中增加了电位滴定法(本版5.4.2)。

——试验方法中硫酸盐含量的测定中增加了离子色谱法和重量法(本版5.4.1、5.4.2)。

本标准的附录A和附录B为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会无机化工分会(SAC/TC 63/SC 1)归口。

本标准起草单位:四川安县银河建化集团有限公司、中海油天津化工研究设计院、甘肃锦世化工有限责任公司、黄石振华化工有限公司。

本标准主要起草人:李霞、张国庆、谢友才、韩登仑、陈小红。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 1610—1979、GB/T 1610—1989、GB/T 1610—1999。

工业铬酸酐

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、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、氧化剂、催化剂、木材防腐剂，制三氧化二铬等铬盐产品及试剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB 190—1990 危险货物包装标志

GB/T 191—2008 包装储运图示标志(ISO 780:1997,MOD)

GB/T 325—2000 包装容器 钢桶

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB 12463—1990 危险货物运输包装通用技术条件

HG/T 3696.1 无机化工产品化学分析用标准滴定溶液的制备

HG/T 3696.2 无机化工产品化学分析用杂质标准溶液的制备

HG/T 3696.3 无机化工产品化学分析用制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子量

分子式:CrO₃

相对分子质量:99.99(按2007年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:紫红色片状物或颗粒物。

4.2 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)(以干基计),w/%	≥ 99.8	99.6	99.2
硫酸盐(以SO ₄ 计),w/%	≤ 0.05	0.10	0.20
水不溶物,w/%	≤ 0.01	0.03	0.05
钠(Na),w/%	≤ 0.04	—	—
浊度/NTU	≤ 5	15	—

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中使用的试剂具有毒性、腐蚀性,操作者须小心谨慎!如溅到皮肤或眼睛应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

5.2 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—2008 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。

5.3 外观检验

在自然光下,用目视法判定外观。

5.4 铬酸酐含量的测定

5.4.1 容量法(仲裁法)

5.4.1.1 方法提要

在酸性介质中,试样中的六价铬离子与二价铁离子发生氧化还原反应,以邻苯氨基苯甲酸为指示剂,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定。

5.4.1.2 试剂

5.4.1.2.1 磷酸;

5.4.1.2.2 硫酸溶液:1+4;

5.4.1.2.3 硫酸溶液:1+7;

5.4.1.2.4 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] \approx 0.2 \text{ mol/L}$;

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 硫酸溶液(5.4.1.2.3)中,再加入 700 mL 水,摇匀。此溶液使用前标定。

标定:称取 0.37 g 研细并于 $120 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的基准重铬酸钾,精确至 0.000 1 g,置于 500 mL 锥形瓶中,加入 150 mL 水溶解。加入 15 mL 硫酸溶液(5.4.1.2.2),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,继续滴定至溶液由紫红色变为绿色为终点。

计算:硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度 c ,数值以 mol/L 表示,按式(1)计算:

的测定。

5.4.1.4.2 测定

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A 置于 500 mL 锥形瓶中,加入 150 mL 水,15 mL 硫酸溶液(5.4.1.2.2),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,继续滴定至溶液由紫红色变为绿色为终点。

5.4.2 电位滴定法

5.4.2.1 方法提要

将试样溶于水,在酸性介质中,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液进行滴定,以电位变化率最大点确定反应终点,求出三氧化铬含量。

5.4.2.2 试剂

5.4.2.2.1 硫酸溶液:1+1;

5.4.2.2.2 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] \approx 0.2 \text{ mol/L}$;

配制:同 5.4.1.2.4 中配制。

标定:称取 0.37 g 研细并于 $120 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的基准重铬酸钾,精确至 0.000 1 g,置于 500 mL 的烧杯中,加水至 400 mL,加入 40 mL 硫酸溶液。将烧杯放在磁力搅拌器上。插入铂电极和甘汞电极,进行搅拌,控制搅拌速度避免溶液溅出。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至黄色消失后,继续进行微量滴定。电位变化率最大的点即为滴定终点。

计算:同 5.4.1.2.4 中计算。

5.4.2.3 仪器、设备

5.4.2.3.1 称量瓶: $\Phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$;

5.4.2.3.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $120 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$;

5.4.2.3.3 磁力搅拌器;

5.4.2.3.4 指示电极:铂电极;

5.4.2.3.5 参比电极:甘汞电极;

5.4.2.3.6 自动电位滴定仪。

5.4.2.4 分析步骤

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A,置于 500 mL 的烧杯中,加水至 400 mL,加入 40 mL 硫酸溶液。将烧杯放在磁力搅拌器上。插入铂电极和甘汞电极,并进行搅拌,控制搅拌速度避免溶液溅出。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至黄色消失后,继续进行微量滴定,电位变化率最大的点即为滴定终点。

5.4.3 结果计算

铬酸酐含量以铬酸酐(CrO_3)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{V/1\,000 \times c \times M}{m \times 25/500} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

V ——滴定时消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——5.4.1.4.1 中称取的试样的质量的数值,单位为克(g);

M ——铬酸酐($\frac{1}{3}\text{CrO}_3$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=33.33$)。

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应大于 0.2%。

与钡离子生成硫酸钡沉淀。然后经过滤、洗涤、灼烧、称量,确定硫酸盐含量。

5.5.1.2 试剂

5.5.1.2.1 硫酸;

5.5.1.2.2 95%乙醇;

5.5.1.2.3 盐酸溶液:3+7;

5.5.1.2.4 乙酸溶液:1+1;

5.5.1.2.5 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液:100 g/L;

5.5.1.2.6 硝酸银溶液:17 g/L;

5.5.1.2.7 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸根(SO_4)0.20 mg;

配制.用移液管移取 50 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准溶液置于 250 mL 容量瓶中.用水

5.5.2.2 试剂和材料

5.5.2.2.1 水合肼:1+10;

量取 10 mL 水合肼(85%)与 100 mL 水混匀。

5.5.2.2.2 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO₄)0.05 mg;

c_0 ——由工作曲线上查得的空白溶液中硫酸根的浓度的数值,单位为 mg/mL;

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绝对差值不应大于 0.005%。

5.5.3 目视比浊法

5.5.3.1 方法提要

在酸性介质中,硫酸盐与钡离子生成难溶的硫酸钡沉淀,当硫酸盐离子含量较低时,在一定时间内硫酸钡呈悬浮体,使溶液混浊,与硫酸盐的标准比浊溶液进行目视比浊测定。

5.5.3.2 试剂

5.5.3.2.1 盐酸溶液:1+1;

5.5.3.2.2 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶液:100 g/L;

5.5.3.2.3 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4)0.05 mg;

配制:用移液管移取 5 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

$$w_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚与水不溶物的质量的数值,单位为克(g);

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绝对差值不应大于0.002%。

5.7 钠含量的测定

5.7.1 方法提要

将试样溶解,采用原子吸收分光光度法在589 nm波长下用标准加入法测定钠含量。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 钠标准溶液:1 mL溶液含钠(Na)0.01 mg。

用移液管移取10 mL按HG/T 3696.2配制的钠标准溶液,置于1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

5.7.2.2 二级水:符合GB/T 6682—2008规定。

5.7.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钠空心阴极灯。

5.7.4 分析步骤

分别移取5 mL试验溶液A(5.4.1.4.1),置于四个100 mL容量瓶中,在各容量瓶中分别移入0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL钠标准溶液,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。

以试验溶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,曲线反向延长与横坐标相交处,即为试验溶液中钠含量。

5.7.5 结果计算

5.8.2.3 二级水:符合 GB/T 6682—2008 规定。

5.8.3 仪器

浊度仪。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 试验溶液的制备

称取 $30.0\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 试样,置于 250 mL 干燥的碘量瓶中,用移液管加入 50.0 mL 水溶解试样,摇至试样溶解完全。称取 $3.30\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ 试验液于干燥的 150 mL 烧杯中,加 $96.7\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 水,混匀。

8.4 工业铬酸酐在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下,自生产之日起保质期不少于18个月。

9 安全

9.1 危险特性:铬酸酐系强氧化剂。遇有机物、易燃物会引起着火燃烧或爆炸。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,铬酸酐的溶液和粉末刺激皮肤、眼睛和鼻粘膜。当破伤的皮肤与其接触时,会造成不易痊愈的溃疡,眼睛受到沾染时,将引起结膜炎,甚至失明。铬酸酐吸入体内,会引起严重的中毒。

9.2 操作注意事项:密闭操作,加强通风。操作人员应经过专门培训,严格遵守操作规程。远离火种、热源,工作场所严禁吸烟。远离易燃、可燃物。避免产生粉尘。避免与还原剂、活性金属粉末接触。搬运时要轻装轻卸,防止包装及容器损坏。配备相应品种和数量的消防器材及泄漏应急处理设备。倒空的容器可能残留有害物。

9.3 个人防护:曝露操作人员应该佩戴自吸过滤式防尘口罩,戴化学安全防护眼镜,穿工作服,戴橡胶手套。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。

9.4 灭火方法:采用雾状水、砂土灭火。

9.5 急救措施:皮肤接触:脱去污染的衣着,用肥皂水和清水彻底冲洗皮肤。眼睛接触:提起眼睑,用流动清水或生理盐水冲洗15分钟,严重者就医。吸入:迅速脱离现场至空气新鲜处。保持呼吸道通畅。如呼吸困难,给输氧。如呼吸停止,立即进行人工呼吸。就医。食入:饮足量温水,催吐。用清水或1%硫代硫酸钠溶液洗胃。给饮牛奶或蛋清。立即就医。

9.6 应急处理:企业应有应急处理预案处理泄露事故,以防止污染环境。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与俄罗斯标准的技术性差异及其原因一览表

表 A.1 给出了本标准与 ГOCT 2548:1977(1992 第三次修改)《工业铬酸酐》(俄文版)技术性差异及其原因。

表 A.1 本标准与 ГOCT 2548:1977(1992 第三次修改)技术性差异及其原因一览表

本标准的章条编号	技术性差异	原 因
4.2	本标准要求中设浊度指标;俄罗斯标准未设此项指标。	由于铬酸酐用于电镀行业时对浊度指标有严格要求,所以在优等品和一等品中设定此项。
5.4	本标准中铬酸酐含量的测定采用容量法和电位滴定法并列;俄罗斯标准仅设容量法。	电位滴定法具有快速、准确的优点,此法在我国已被广泛应用。
5.5	本标准中硫酸盐含量的测定采用离子色谱法、重量法、比浊法并列;俄罗斯标准采用光电比色法。	光电比色计在国内应用较少,本标准将快速准确的离子色谱法,快速的限量比浊法和步骤繁琐但准确的重量法并列,可供对测定有不同要求的厂家使用。
5.7	本标准中钠含量的测定采用原子吸收分光光度法;俄罗斯标准采用火焰光度计法。	国内原子吸收分光光度计已被广泛应用。

附录 B

(资料性附录)

本标准与俄罗斯标准的结构性差异

表 B.1 给出了本标准与 ГOCT 2548:1977(1992 第三次修改)《铬酸酐》结构性差异。

表 B.1 本标准与 ГOCT 2548:1977(1992 第三次修改)结构性差异一览表

本标准		ГOCT 2548:1977(1992 第三次修改)	
章节	内容	章节	内容
前言	前言	—	—
1	范围	—	—
2	规范性引用文件	—	—
3	分子式和相对分子量	—	—
4	术语	1	术语

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工 业 铬 酸 酐
GB 1610—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1220 1/16 印张 1 字 数 99 千 字