

ICS 71.060.20
G 13

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5561—2019

湿法制备铬盐副产氧化铁粉

Wet-processed chromium compound by-product iron oxide powder

2019-11-11 发布

2020-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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/TC63/SC1）归口。

本标准起草单位：四川省银河化学股份有限公司、青海省博鸿化工科技股份有限公司、深圳市中润水工业技术发展有限公司、甘肃锦世化工有限责任公司、浙江水知音环保科技有限公司、山东大耀特种材料有限公司、中海油天津化工研究设计院有限公司、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：陈宁、史建斌、李润生、张忠元、俞明华、王宗耀、黄玉西、杨海、毛雪琴、黄先东、李霞、杜颖、赵美敬。

湿法制备铬盐副产氧化铁粉

1 范围

本标准规定了湿法制备铬盐副产氧化铁粉的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于湿法制备铬盐副产氧化铁粉。该产品主要用作工业炼铁和生产颜料的原料。

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/T 191—2008 包装储运图示标志

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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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

3 分子式和相对分子质量

分子式： Fe_2O_3 。

相对分子质量：159.69（按2016年国际相对原子质量）。

4 要求

4.1 外观：棕红色或暗红色的粉末。

4.2 湿法制备铬盐副产氧化铁粉按照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		
	一等品	二等品	合格品
铁 (以 Fe_2O_3 计) $w/\%$ \geq	80.0	70.0	65.0
铬 (以 Cr_2O_3 计) $w/\%$ \leq	10.0	15.0	20.0
水溶铬 (以 Cr 计) $w/\%$ \leq	0.05	0.1	0.2

5 试验方法

5.1 警示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性或腐蚀性,操作时须小心谨慎!必要时,需在通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。

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,于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

5.4 铁含量的测定

5.4.1 原理

将试样与过氧化钠和氢氧化钠在高温下熔融,用氨水中和并沉淀铁离子,过滤后,用盐酸溶液溶解沉淀,然后以磺基水杨酸钠为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液滴定。

5.4.2 试剂或材料

5.4.2.1 过氧化钠。

5.4.2.2 氢氧化钠。

5.4.2.3 盐酸。

5.4.2.4 盐酸溶液: 1+1。

5.4.2.5 盐酸溶液: 1+5。

5.4.2.6 盐酸溶液: 6+94。

5.4.2.7 氨水溶液: 1+1。

5.4.2.8 氯化铵溶液: 10 g/L。

5.4.2.9 氯化铵饱和溶液。

称取约 30 g 氯化铵，加到 100 mL 水中，充分搅拌使之饱和。

5.4.2.10 乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液： $c(\text{EDTA}) \approx 0.02 \text{ mol/L}$ 。

5.4.2.11 磺基水杨酸钠指示液：100 g/L。

5.4.2.12 精密 pH 试纸。

5.4.3 仪器设备

5.4.3.1 铂坩埚：带盖。

5.4.3.2 塑料烧杯：250 mL。

5.4.3.3 高温电炉：温度能控制在 $525^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ 。

5.4.4 试验步骤

5.4.4.1 试验溶液 A 的制备

称取约 0.5 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于铂坩埚中，加入 3 g~4 g 过氧化钠，混匀，在上面盖 2 g 氢氧化钠，盖上盖子。将铂坩埚置于高温电炉中，由室温升至 $525^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ ，灼烧 $45 \text{ min} \pm 5 \text{ min}$ （中间宜摇动一次）。取出，冷却，将铂坩埚放入盛有 80 mL 沸水的塑料烧杯中，迅速盖上表面皿，待熔融物完全浸出后，取出铂坩埚，用水和盐酸溶液（见 5.4.2.5）洗净铂坩埚和盖，在搅拌下缓慢加入 25 mL 盐酸至溶液澄清透明。冷却，转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此为试验溶液 A，用于铁含量和铬含量的测定。

5.4.4.2 试验

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A（见 5.4.4.1），置于 300 mL 烧杯中，加入 20 mL 水、10 mL 氯化铵饱和溶液，搅拌均匀，加热至沸。取下，用氨水溶液中和至 pH6.5~7.0（用精密 pH 试纸检验）使沉淀完全，煮沸 1 min。取下，待沉淀凝集下降后，用快速定性滤纸过滤，用热的氯化铵溶液洗涤沉淀 3 次，弃去滤液。加入热的盐酸溶液（见 5.4.2.6）至漏斗内沉淀溶解，滤液收集在 250 mL 锥形瓶中，用热的盐酸溶液（见 5.4.2.6）洗至滤液无色。用水稀释至约 100 mL，用氨水溶液和盐酸溶液（见 5.4.2.4）调节 pH 1.8~2.0（用精密 pH 试纸检验）。将溶液加热至约 70°C ，加入 10 滴磺基水杨酸钠指示液，用乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液缓慢滴定至溶液由紫红色变为亮黄色（终点时溶液温度不应低于 60°C ）。

5.4.5 试验数据处理

铁含量以三氧化二铁（ Fe_2O_3 ）的质量分数 w_1 计，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m \times (25/250)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V ——滴定试验溶液消耗乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——乙二胺四乙酸二钠（EDTA）标准滴定溶液的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——三氧化二铁（ $\frac{1}{2}\text{Fe}_2\text{O}_3$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=79.84$ ）；

(19)

3

m ——试料的质量的数值，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大于 0.2%。

5.5 铬含量的测定

5.5.1 原理

试样与过氧化钠和氢氧化钠在高温下熔融，在酸性介质中重铬酸根与 2 价铁离子发生氧化还原反应，以 *N*-苯基邻氨基苯甲酸为指示剂，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定。

5.5.2 试剂或材料

5.5.2.1 磷酸。

5.5.2.2 硫酸溶液：1+4。

5.5.2.3 硫酸亚铁铵标准滴定溶液： $c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

5.5.2.4 *N*-苯基邻氨基苯甲酸指示液：1 g/L。

5.5.3 仪器设备

微量滴定管：分度值为 0.01 mL 或 0.02 mL。

5.5.4 试验步骤

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A（见 5.4.4.1），置于 500 mL 锥形瓶中，加入 150 mL 水、15 mL 硫酸溶液、5 mL 磷酸，再加入 1 mL *N*-苯基邻氨基苯甲酸指示液，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液由紫红色变为绿色为终点。

5.5.5 试验数据处理

铬含量以三氧化二铬（ Cr_2O_3 ）的质量分数 w_2 计，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{VcM \times 10^{-3}}{m \times (25/250)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

V ——滴定试验溶液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的浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

M ——三氧化二铬（ $\frac{1}{6}\text{Cr}_2\text{O}_3$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=25.33$ ）；

m ——5.4.4.1 中试料的质量的数值，单位为克（g）。

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

5.6 水溶铬含量的测定

5.6.1 原理

在酸性介质中，重铬酸根与二苯基碳酰二胂生成紫红色配合物，采用分光光度法于最大吸收波长 540 nm 处进行测定。

5.6.2 试剂或材料

5.6.2.1 磷酸。

5.6.2.2 硫酸溶液：1+1。

5.6.2.3 二苯基碳酰二肼显色剂：2 g/L。

称取 0.2 g 二苯基碳酰二肼，溶于 50 mL 丙酮中，加水稀释至 100 mL，摇匀，置于棕色瓶中，于低温下保存。颜色变深则不能使用。

5.6.2.4 铬标准溶液：1 mL 溶液含铬 (Cr) 0.010 mg。

用移液管移取 10 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。用移液管移取 10 mL 此溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液使用前配制。

5.6.3 仪器设备

分光光度计：配有 1 cm 的比色皿。

5.6.4 试验步骤

5.6.4.1 工作曲线的绘制

移取 0 mL、1.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL 铬标准溶液于 5 只 50 mL 容量瓶中，分别加水至约 30 mL。加入 1 mL 硫酸溶液、0.5 mL 磷酸，摇匀。加入 2.0 mL 二苯基碳酰二肼显色剂，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min。用 1 cm 比色皿，于波长 540 nm 处，以水为参比，测量吸光度。以铬的质量 (mg) 为横坐标、相应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.6.4.2 试验

称取约 2 g 试样，精确至 0.000 2 g。置于 150 mL 烧杯中，加入 100 mL 水，搅拌后煮沸 5 min。趁热用中速滤纸过滤，用热水洗涤至滤纸无黄色。将滤液冷却至室温，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

用移液管分别移取 10 mL (一等品)、5 mL (二等品)、2.5 mL (合格品) 试验溶液，置于 50 mL 容量瓶中，加水至约 30 mL。加入 1 mL 硫酸溶液、0.5 mL 磷酸，摇匀。加入 2.0 mL 二苯基碳酰二肼显色剂，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min。用 1 cm 比色皿，于波长 540 nm 处，以水为参比，测量吸光度。从工作曲线上查得试验溶液中铬的质量。

同时做空白试验，除不加试料外，其他加入的试剂种类和量与试验溶液完全相同，并与试料同样处理。

5.6.5 试验数据处理

水溶铬含量以铬 (Cr) 的质量分数 w_3 计，按公式 (3) 计算：

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times (V/250)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得试验溶液中铬的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

m_0 ——从工作曲线上查得空白试验溶液中铬的质量的数值，单位为毫克 (mg)；

m ——试料的质量的数值，单位为克 (g)；

V ——移取试验溶液的体积的数值，单位为毫升 (mL)。

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 0.003%。

6 检验规则

6.1 本标准要求中的所有指标项目均为出厂检验项目，应逐批检验。

6.2 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等级的湿法制备铬盐副产氧化铁粉为一批。每批产品不超过 60 t。

6.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自包装袋的上方插至料层深度的 3/4 处采样。将所采的样品混匀，用四分法缩分至约 500 g，分装入两个干燥、清洁的容器中，密封。粘贴标签，注明：生产厂名称、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验；另一份保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。

6.4 检验结果如有指标不符合本标准的要求，应重新自两倍量的包装中采样进行复验，复验结果即使有一项指标不符合本标准的要求，则整批产品为不合格。

6.5 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。

7 标志、标签

7.1 湿法制备铬盐副产氧化铁粉包装袋上应有牢固、清晰的标志，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号（或生产日期）、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的湿法制备铬盐副产氧化铁粉都应附有质量证明书，内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、等级、净含量、批号（或生产日期）、本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 湿法制备铬盐副产氧化铁粉采用双层包装。内袋包装采用聚乙烯塑料薄膜袋，内袋包装时将空气排净后，袋口双层扎口，应严密不漏；外包装采用塑料编织袋，外包装袋应牢固缝合，无漏缝和跳线。每袋净含量为 1 000 kg 或与客户协商确定包装方式和净含量。

8.2 湿法制备铬盐副产氧化铁粉在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋，包装不得破损，外包装不得污染，不得与尖锐器件碰撞、挂钩。

8.3 湿法制备铬盐副产氧化铁粉应贮存于干燥、通风的库房内，防止受潮，外包装不得污染，不得与尖锐器件碰撞、挂钩。