

ICS 71.060.50
G 12
备案号:37835—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4312—2012

工业铬酸钠

Sodium Chromate for industrial use

2012-11-07 发布

2013-03-01 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会(SAC/TC63/SC1)归口。

本标准主要起草单位：中海油天津化工研究设计院、四川省安县银河建化(集团)有限公司、黄石振华化工有限公司。

本标准主要起草人：李霞、赵汝鉴、石义朗、杜建波、陈小红。

工业铬酸钠

1 范围

本标准规定了工业铬酸钠的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存、安全。

本标准适用于主要用作金属缓蚀剂及制造铬酸盐颜料、媒染剂等的工业铬酸钠。

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,仅所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 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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第3部分:试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: $\text{Na}_2\text{CrO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量:234.03(按2010年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:黄色晶体。

4.2 工业铬酸钠按本标准规定的试验方法检测应符合表1技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标	
	一等品	合格品
铬酸钠($\text{Na}_2\text{CrO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) $w/\%$	≥ 98.5	98.0
氯化物(以Cl计) $w/\%$	≤ 0.20	0.30
硫酸盐(以 SO_4 计) $w/\%$	≤ 0.30	0.40
水不溶物 $w/\%$	≤ 0.02	0.03

5 试验方法

5.1 警告

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时须小心谨慎!必要时,应在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即治疗。

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,于白瓷板上用目视法判定外观。

5.4 铬酸钠含量的测定

5.4.1 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 *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。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 磷酸。

5.4.2.2 硫酸溶液:1+4。

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

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(1+7)中,再加入 700 mL 水,摇匀。此溶液临用前标定。

标定:称取 0.37 g 研细并于 $120^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的基准重铬酸钾,精确至 0.000 2 g,置于 500 mL 锥形瓶中,加入 150 mL 水溶解。加入 15 mL 硫酸溶液(1+4)、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 *N*-苯基邻氨基苯甲酸指示液,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:

$$c = \frac{m}{VM/1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m ——基准重铬酸钾的质量的数值,单位为克(g);

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);

M ——重铬酸钾($1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=49.03$)。

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,三次平行标定结果的相对极差与平均值之比不应大于 0.2%。

5.4.2.4 *N*-苯基邻氨基苯甲酸指示液:1 g/L。

称取 0.2 g 无水碳酸钠溶于 100 mL 水中,再加入 0.1 g *N*-苯基邻氨基苯甲酸,溶解。

5.4.3 分析步骤

5.4.3.1 试验溶液 A 的制备

称取约 5 g 试样,精确至 0.000 2 g,加水溶解后,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为试验溶液 A,用于铬酸钠含量、硫酸盐含量(目视比浊法)的测定。

5.4.3.2 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 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 *N*-苯基邻氨基苯甲酸指示液,继续

滴定至溶液由紫红色变为绿色为终点。

5.4.4 结果计算

铬酸钠含量以铬酸钠($\text{Na}_2\text{CrO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(2)计算:

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

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浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——铬酸钠($1/3 \text{Na}_2\text{CrO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=78.01$)。

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0.3%。

5.5 氯化物含量的测定

5.5.1 方法提要

在微碱性介质中,用硝酸银标准滴定溶液滴定,试样中氯离子与银离子生成白色氯化银沉淀,过量的硝酸银与铬酸钠生成微砖红色铬酸银沉淀指示终点。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3) \approx 0.05 \text{ mol/L}$ 。

5.5.2.2 铬酸钾溶液:50 g/L。

5.5.3 仪器、设备

微量滴定管:分度值为0.02 mL或0.05 mL。

5.5.4 分析步骤

称取约3 g试样,精确至0.01 g,置于250 mL锥形瓶中,加入50 mL水溶解试样后,用硝酸银标准滴定溶液滴定至溶液由亮黄色变为微砖红色即为终点。

同时做空白试验,加入50 mL水、1 mL铬酸钾溶液,用硝酸银标准滴定溶液滴定至溶液由亮黄色变为微砖红色即为终点。

5.5.5 结果计算

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{[(V_1 - V_0)/1\,000]cM}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_1 ——滴定试验溶液消耗的硝酸银标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——滴定空白试验溶液消耗的硝酸银标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——硝酸银标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

M ——氯(Cl)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=35.45$)。

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%。

5.6 硫酸盐含量的测定

5.6.1 重量法(仲裁法)

5.6.1.1 方法提要

在酸性介质中,用乙醇将样品中的六价铬还原为三价铬,再加入氯化钡溶液,钡离子与样品中硫酸根生成硫酸钡沉淀。将沉淀过滤、洗涤、灼烧、称重后确定硫酸盐含量。

5.6.1.2 试剂

5.6.1.2.1 硫酸。

5.6.1.2.2 95 %乙醇。

5.6.1.2.3 盐酸溶液:3+7。

5.6.1.2.4 乙酸溶液:1+1。

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

5.6.1.2.6 硝酸银溶液:17 g/L。

5.6.1.2.7 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(以 SO_4 计)1 mg。

5.6.1.2.8 二苯基偶氮碳酰肼($\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}$)指示液:2 g/L。

称取二苯基偶氮碳酰肼 0.2 g,溶于 50 mL 丙酮中,加水稀释至 100 mL,摇匀,贮存于棕色瓶中,于低温下保存。颜色变深后,不能使用。

5.6.1.3 仪器、设备

高温炉:温度可控制在 $700\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.6.1.4 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g。置于 500 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,搅拌至试样溶解。用移液管加入 10 mL 硫酸盐标准溶液,再加入 100 mL 盐酸溶液,加热至近沸,在搅拌下滴加约 20 mL 95 %乙醇,于沸水浴中保温 30 min。如还原不完全,再补加 95 %乙醇(用二苯基偶氮碳酰肼检验是否还原完全。取 1 滴试液,加入 1 滴二苯基偶氮碳酰肼指示剂,若出现紫红色则还原不完全)。用中速定性滤纸过滤,用热水洗涤至滤纸无绿色。滤液及洗水收集于 500 mL 烧杯中,用水稀释至约 300 mL。将溶液加热至沸,在微沸状态下,边搅拌边慢慢加入 50 mL 氯化钡溶液,20 mL 乙酸溶液及预先准备好的少许定量滤纸浆,充分搅拌约 2 min。盖上表面皿,在沸水浴中保温 2 h 或在室温下放置 8 h 以上。用慢速定量滤纸过滤,沉淀以热水洗涤至滤液无氯离子为止(用硝酸银溶液检验)。

将沉淀连同滤纸置于预先于 $700\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,于电炉上干燥、灰化。冷却后加 1 滴硫酸,在电炉上加热至白烟冒尽,移入 $700\text{ }^\circ\text{C} \pm 20\text{ }^\circ\text{C}$ 高温炉中灼烧至质量恒定。

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的完全相同,并与试料同样处理。

5.6.1.5 结果计算

硫酸盐含量以硫酸根(SO_4)的质量分数 w_3 计,数值以 % 表示,按式(4)计算:

$$w_3 = \frac{0.4116 \times (m_1 - m_0)}{m} \times 100 \quad (4)$$

式中:

m_1 ——试验溶液中沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m_0 ——空白试验中沉淀的质量的数值,单位为克(g);

m ——试料的质量的数值,单位为克(g);

0.4116——硫酸钡换算为硫酸根(SO_4)的系数。

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 0.01 %。

5.6.2 目视比浊法

5.6.2.1 方法提要

在酸性介质中,硫酸根与钡离子生成难溶的硫酸钡沉淀,当硫酸根含量较低时,在一定时间内硫酸钡呈悬浮体,使溶液浑浊,与标准比浊溶液比较浊度。

5.6.2.2 试剂

5.6.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

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

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

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,用水稀释至

刻度,摇匀。此溶液使用前配制。

5.6.2.2.4 重铬酸钾溶液:10 g/L;

称取 5.00 g \pm 0.01 g 基准重铬酸钾,溶解于水中,转移至 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

5.6.2.3 分析步骤

5.6.2.3.1 标准比浊溶液的制备

移取 3.00 mL 重铬酸钾溶液,置于 50 mL 比色管中。移取加入 3.00 mL(一等品)、4.00 mL(合格品)硫酸盐标准溶液,加水至约 25 mL,加入 3 mL 盐酸溶液,5 mL 氯化钡溶液,用水稀释至刻度,摇匀。于 30℃~40℃水浴中保温 20 min~30 min。

5.6.2.3.2 测定

用移液管移取 5 mL 试验溶液 A(5.4.3.1),置于 50 mL 比色管中,加水至约 25 mL,以下按 5.6.2.3.1 中所述“加入 3 mL 盐酸溶液……保温 20 min~30 min。”进行操作。其浊度不得大于标准比浊溶液。

5.7 水不溶物含量的测定

5.7.1 方法提要

将试样溶解后,经过滤、洗涤、烘干、称重后确定水不溶物的含量。

5.7.2 仪器和设备

5.7.2.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径 5 μ m~15 μ m。

5.7.2.2 电热恒温干燥箱:温度可控制在 105℃ \pm 2℃。

5.7.3 分析步骤

称取约 20 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水,盖上表面皿,加热至沸,在沸水浴中保温 30 min,用预先在 105℃ \pm 2℃下干燥至质量恒定的玻璃砂坩埚抽滤,用热水洗涤至滤板无黄色,将玻璃砂坩埚连同水不溶物置于电热恒温干燥箱中,于 105℃ \pm 2℃干燥至质量恒定。

5.7.4 结果计算

水不溶物以质量分数 w_4 计,数值以%表示,按式(5)计算:

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m_1 ——干燥后玻璃砂坩埚和不溶物的质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——玻璃砂坩埚的质量的数值,单位为克(g);

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 0.005 %。

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级别的工业铬酸钠为一批,每批产品不超过 20 t。

6.3 按照 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中心垂直插入料层深度的 3/4 处采样。将所采样品混匀,用四分法缩分至不少于 500 g,将样品分装于两个清洁、干燥的容器中,密封,并粘贴标签,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要求时,应重新自两倍量的包装中采样复验,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。

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 工业铬酸钠包装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)和本标准编号,以及 GB 190—2009 中规定的“氧化性物质”标志和 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”、“怕雨”的标志。

7.2 每批出厂的工业铬酸钠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)和本标准编号。

8 包装、运输、贮存

8.1 工业铬酸钠采用双层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,内袋包装时将空气排净后,袋口双层扎口或热合,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 25 kg、50 kg。或根据用户要求协商确定包装方式。

8.2 工业铬酸钠在运输中应有遮盖物,防止日晒、雨淋,包装不得破损。禁止与易燃物、有机物、还原剂、自燃物品、遇湿易燃物品等共运。运输车辆应配备相应品种和数量的消防器材。

8.3 工业铬酸钠应贮存在通风、干燥的库房内。防止日晒、受潮、防撞击、远离易(可)燃物,禁止与有机物、还原剂、活性金属粉末、食用化学品同仓共贮。

9 安全

9.1 工业铬酸钠是强氧化剂。与易燃物、有机物接触摩擦,撞击能引起燃烧。

9.2 工业铬酸钠有毒,当空气中铬酸钠超过允许浓度时,会引起鼻黏膜溃烂,铬酸钠的溶液和粉末刺激皮肤、眼睛和鼻黏膜,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。铬酸钠吸人体内,会引起严重的中毒。

9.3 凡接触工业铬酸钠的工作人员,必须遵守下列规则: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防护用品,如过滤式防毒面具、耐化学品手套、耐化学品鞋及工作服等以防灼伤。

9.4 工作时经常注意通风装置的正常运行,遵守个人卫生规则,工作结束应沐浴,皮肤上有破伤处,应用水冲洗干净后涂敷防护药膏。

中华人民共和国
化工行业标准
工业铬酸钠

HG/T 4312—2012

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码 100011）

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{1}{2}$ 字数 13 千字

2013年2月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1286

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：10.00 元

版权所有 违者必究