

ICS 71.060.50
G 12
备案号:37834—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4311—2012

工业氯化铬

Chromium trichloride 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、山东川君化工股份有限公司、黄石振华化工有限公司、四川省安县银河建化(集团)有限公司。

本标准主要起草人：李霞、杨忠军、刘静文、谢有才、马芳。

工业氯化铬

1 范围

本标准规定了工业氯化铬的要求、试验方法、检验规则、标志、标签、包装、运输、贮存。

本标准适用于主要用于三价铬电镀、制备铬化合物的原料的工业氯化铬。

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/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: $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量:266.45(按2010年国际相对原子质量)

4 要求

4.1 外观:绿色晶体。

4.2 工业氯化铬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
氯化铬($\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)w/%	\geq	99.0	98.0
水不溶物 w/%	\leq	0.01	0.03
硫酸盐(以 SO_4 计)w/%	\leq	0.03	0.05
铁(Fe)w/%	\leq	0.01	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 氯化铬含量的测定

5.4.1 方法提要

试样溶解后,用过氧化氢将三价铬氧化为六价铬。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 过氧化氢。

5.4.2.2 磷酸。

5.4.2.3 硫酸溶液:1+4。

5.4.2.4 氢氧化钠溶液:100 g/L。

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

5.4.2.6 *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

称取约 3 g 试样,精确至 0.000 2 g。加水溶解后,转移至 250 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 25 mL 此溶液,置于 500 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 氢氧化钠溶液,1 mL 过氧化氢,加热至过氧化氢分解完全,冷却至室温。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

氯化铬含量以氯化铬($\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)的质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{VcM/1\,000}{m \times (25/250)} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

V ——滴定试验溶液消耗的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 ——氯化铬($1/3 \text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=88.82$)。

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 0.3 %。

5.5 水不溶物含量的测定

5.5.1 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。

5.5.2 仪器、设备

5.5.2.1 玻璃砂坩埚:滤板孔径 $5\ \mu\text{m}\sim 15\ \mu\text{m}$ 。

5.5.2.2 电热恒温干燥箱:温度可控制在 $105\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 。

5.5.3 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 $105\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 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绿色,将玻璃砂坩埚连同水不溶物置于电热恒温干燥箱中,于 $105\ ^\circ\text{C}\pm 2\ ^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定。

5.5.4 结果计算

水不溶物以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad (2)$$

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 %。

5.6 硫酸盐含量的测定

5.6.1 方法提要

将试样溶解后,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。

5.6.2 试剂

5.6.2.1 硫酸。

5.6.2.2 乙酸溶液:1+1。

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

5.6.2.4 硝酸银溶液:17 g/L。

5.6.2.5 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含有硫酸盐(以 SO_4 计)1 mg。

5.6.3 仪器、设备

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

5.6.4 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,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 $700\ ^\circ\text{C}\pm 20\ ^\circ\text{C}$ 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 $700\ ^\circ\text{C}\pm 20\ ^\circ\text{C}$ 高温炉中灼烧至质量恒定。

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

5.6.5 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(3)计算:

$$w_3 = \frac{0.4116 \times (m_1 - m_0)}{m} \times 100 \quad (3)$$

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0.005%。

5.7 铁含量的测定

5.7.1 方法提要

在酸性介质中,用过硫酸铵将二价铁离子氧化成三价铁离子,与硫氰酸钾-正丁醇溶液生成红色硫氰酸铁络合物,与标准比色溶液进行比色。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 过硫酸铵。

5.7.2.2 盐酸溶液:1+1。

5.7.2.3 硫氰酸钾-正丁醇溶液;

将10 g 硫氰酸钾溶于10 mL 水中,加90 mL 正丁醇,用力摇匀。

5.7.2.4 铁标准溶液:1 mL 溶液含铁(Fe)0.01 mg;

用移液管移取1 mL 按HG/T 3696.2配制的铁标准溶液,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。

5.7.3 分析步骤

5.7.3.1 测定

称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样,置于100 mL 烧杯中。加入10 mL 水溶解试样,加入8 mL 盐酸溶液,煮沸2 min,取下冷却。转移至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50 mL 比色管中,加2 mL 盐酸溶液,约50 mg 过硫酸铵,15 mL 硫氰酸钾-正丁醇溶液,用水稀释至刻度,摇动1 min。正丁醇层所呈红色不得深于标准比色溶液。

5.7.3.2 标准比色溶液的制备

移取1.00 mL(一等品)、3.00 mL(合格品)铁标准溶液,置于50 mL 比色管中,加10 mL 水,以下按5.7.3.1中所述“加2 mL 盐酸溶液……用水稀释至刻度,摇动1 min。”进行操作,与试验溶液同时同样处理。

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 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氯化铬为一批,每批产品不超过10 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 工业氯化铬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)和本标准编号,以及GB/T 191—2008中规定的“怕晒”、“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的工业氯化铬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 工业氯化铬采用双层包装。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 工业氯化铬在运输中应有遮盖物，防止日晒、雨淋，包装不得破损。

8.3 工业氯化铬应贮存在通风、干燥的库房内。防止日晒、受潮。

HG/T 4311—2012

中华人民共和国
化工行业标准
工业氯化铬

HG/T 4311—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11千字

2013年2月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1285

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