

ICS 71.060.50
G 12
备案号:41832—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4514—2013

无铬钝化液

Chromium free passivation solution

2013-10-17 发布

2014-03-01 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。

本标准起草单位:精细化学品集团有限公司、中海油天津化工研究设计院。

本标准主要起草人:金洪海、方艳、刘幽若、李光明。

无铬钝化液

1 范围

本标准规定了无铬钝化液的要求,试验方法,检验规则以及标志、标签,包装、运输、贮存。
本标准适用于无铬钝化液。该产品用于金属表面的处理。

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 3696.2 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 要求

3.1 外观:绿色液体。

3.2 无铬钝化液按本标准规定的试验方法检测应符合表1的技术要求。

表1 技术要求

项 目	指 标
铬(Cr) <i>w</i> /%	不得检出
铅(Pb) <i>w</i> /%	≤ 0.0003
密度(20℃)/(g/cm ³)	1.00~1.10
pH	3.0~6.0

4 试验方法

4.1 安全提示

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!如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。挥发性有机溶剂大部分有害人体健康且易燃,操作时应在通风橱中进行,并防止与明火接触。

4.2 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 3696.2、HG/T 3696.3 的规定制备。

4.3 外观判别

在自然光条件下,用目视法进行判别。

4.4 铬含量的测定

4.4.1 方法提要

在酸性条件下,采用石墨炉-原子吸收分光光度法,该方法的最低检出浓度为 $1\ \mu\text{g/L}$,在 $357.9\ \text{nm}$ 波长下测定溶液中的铬含量。

4.4.2 试剂和材料

4.4.2.1 盐酸溶液:1+1。

4.4.2.2 高锰酸钾溶液:10 g/L。

4.4.2.3 碳酸钠溶液:200 g/L。

4.4.2.4 二级水:符合 GB/T 6682 - 2008 规定。

4.4.3 仪器

石墨炉-原子吸收分光光度计。

4.4.4 分析步骤

4.4.4.1 试验溶液的制备

称取约 10 g 试样,精确至 0.01 g,置于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 水、5 mL 盐酸溶液,加入 3 mL 高锰酸钾溶液,加热煮沸至二氧化锰全部沉淀。加水至约 60 mL,于搅拌下分次慢慢加入 30 mL 碳酸钠溶液,冷却至室温。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.4.4.2 空白试验溶液的制备

除不加试料外,其他加入的试剂量与试验溶液的制备完全相同,并与试料同时、同样处理。

4.4.4.3 测定

用石墨炉-原子吸收分光光度计,波长为 $357.9\ \text{nm}$,测定试验溶液和空白试验溶液的吸光度,试验溶液吸光度不应大于空白试验溶液的吸光度。

4.5 铅含量的测定

4.5.1 方法提要

样品经溶解,其中铅经与吡咯烷二硫代氨基甲酸铵(APDC)络合、萃取等处理后,导入原子吸收分光光度计中,原子化后测量其在 $283.3\ \text{nm}$ 处的吸光度,与铅标准限量比较。

4.5.2 试剂和材料

4.5.2.1 盐酸。

4.5.2.2 三氯甲烷。

4.5.2.3 硝酸。

4.5.2.4 氢氧化钠溶液:250 g/L。

4.5.2.5 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵(APDC)溶液:20 g/L。

称取 2 g 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵(APDC)溶于 100 mL 水中。如有不溶物,使用前过滤。

4.5.2.6 铅标准溶液:1 mL 溶液含铅(Pb)0.010 mg。

移取 1.00 mL 按 HG/T 3696.2 要求配制的铅标准溶液,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

4.5.2.7 二级水:符合 GB/T 6682—2008 规定。

4.5.3 仪器、设备

4.5.3.1 分液漏斗:250 mL。

4.5.3.2 原子吸收分光光度计:配有铅空心阴极灯。

4.5.4 分析步骤

4.5.4.1 铅标准测定溶液的制备及测定

准确移取 3 mL 铅标准溶液,置于 150 mL 烧杯中,加 30 mL 水、10 mL 盐酸,(盖上表面皿)加热至沸,并沸腾 5 min。冷却,用氢氧化钠溶液调节溶液的 pH 为 1.0~1.5(用精密 pH 试纸检验)。将溶液

移入分液漏斗中,用水稀释至约 100 mL。加入 2 mL 吡咯烷二硫代氨基甲酸铵(APDC)溶液,摇匀。用三氯甲烷萃取两次,每次加入 20 mL,将萃取液(即有机相)收集于 50 mL 烧杯中,(在通风橱中)用水浴加热蒸发至干。在残余物中加入 3 mL 硝酸,加热近干。加入 0.5 mL 硝酸和 10 mL 水,加热至剩余液体体积为 3 mL~5 mL,移入 10 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。选用空气-乙炔火焰,于 283.3 nm 波长处,用水调零,测定溶液的吸光度。

4.5.4.2 试验溶液的制备及测定

称取 $10.0\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ 试样置于 150 mL 烧杯中,加入 10 mL 盐酸,(盖上表面皿)加热,并沸腾 5 min。然后按 4.5.4.1 从“冷却,用氢氧化钠溶液调节溶液的 pH……”开始进行操作,测其相应吸光值。

4.5.4.3 结果判定

试验溶液的吸光度不应大于铅标准测定溶液的吸光度。

4.6 液体密度的测定

4.6.1 方法提要

利用密度计在被测液体中达到平衡状态时所浸没的深度读出该液体的密度。

4.6.2 仪器

4.6.2.1 密度计:分度值为 0.001 g/cm^3 。

4.6.2.2 恒温水浴:温度控制在 $20\text{ }^\circ\text{C}\pm 0.1\text{ }^\circ\text{C}$ 。

4.6.2.3 玻璃量筒:250 mL~500 mL。

4.6.2.4 温度计: $0\text{ }^\circ\text{C}\sim 50\text{ }^\circ\text{C}$,分度值为 $0.1\text{ }^\circ\text{C}$ 。

4.6.3 分析步骤

将待测试样注入清洁、干燥的量筒内,不得有气泡,将量筒置于 $20\text{ }^\circ\text{C}\pm 0.1\text{ }^\circ\text{C}$ 的恒温水浴中。待温度恒定后,将清洁、干燥的密度计缓缓地放入试样中,其下端应离量筒底 2 cm 以上,不能与量筒壁接触,密度计的上端露在液面外的部分所沾液体不得超过(2~3)分度,待密度计在试样中稳定后,读出密度计弯月面下缘的刻度(标有弯月面上缘刻度的密度计除外),即为试样的密度(ρ)。

4.7 pH 的测定

4.7.1 仪器、设备

酸度计:精度 0.02 pH 单位。

4.7.2 分析步骤

量取 100 mL 样品,使用已校对过的酸度计直接测定。

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 检验规则

5.1 本标准要求中规定的指标项目为出厂检验项目,应逐批检验。

5.2 生产企业用相同材料,在基本相同的生产条件,连续生产或同一班组生产的无铬钝化液为一批。每批产品不超过 2 t。

5.3 按 GB/T 6678 的规定确定采样单元数。采样时,将桶内产品混匀,用玻璃采样管插入至桶深 3/4 处,待样品充满后将上端封闭,取出。所采样品总量不得少于 500 g。将采得的样品混匀后,分装于两个清洁干燥的聚乙烯塑料瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一瓶供检验用,另一瓶保存备查,保存时间根据生产企业需求确定。

5.4 检验结果中如有指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的包装桶中采样进行复验,复验结果即使有一项指标不符合本标准要求时,则整批产品为不合格。

5.5 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。

6 标志、标签

6.1 无铬钝化液包装桶上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址及产品名称、净含量、批号或

HG/T 4514—2013

生产日期、本标准编号及 GB/T 191—2008 中规定的“怕雨”和“向上”标志。

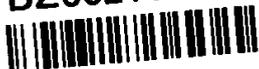
6.2 每批出厂的无铬钝化液都应附有质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址及产品名称、净含量、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明和本标准编号。

7 包装、运输、贮存

7.1 无铬钝化液采用塑料方桶或圆桶包装，旋盖密封。每桶净含量 25 kg 或 50 kg。如需特殊包装，供需双方协商。

7.2 无铬钝化液在运输过程中应有遮盖物，防止雨淋和日晒。

7.3 无铬钝化液应贮存于阴凉、干燥处，防止雨淋和日晒。

BZ002103143


中华人民共和国

化工行业标准

无铬钝化液

HG/T 4514—2013

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9千字

2014年2月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1605

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