

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2570—94

工业硫酸铬钾

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业硫酸铬钾的技术要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于重铬酸钾经硫酸酸化,有机物还原制得的工业硫酸铬钾,又名铬明矾。该产品主要用于染料、鞣革及石油钻井等。

分子式: $\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$

相对分子质量:499.41(按1989年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB 191 包装储运图示标志

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 技术要求

3.1 外观:紫红色结晶。

3.2 工业硫酸铬钾应符合下表要求。

		% (m/m)		
项 目		指 标		
		优等品	一等品	合格品
硫酸铬钾 $[\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 含量	\geq	99.0	98.0	97.5
铁(Fe)含量	\leq	0.04	0.12	0.15

4 试验方法

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GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603规定制备。

将试样于研钵中研碎。

4.1 硫酸铬钾含量的测定

中华人民共和国化学工业部1994-02-09批准

1994-07-01实施

4.1.1 方法提要

试样中的三价铬用过氧化氢氧化成六价铬,在酸性介质中与碘化钾作用,析出的碘用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定,以淀粉为指示剂指示终点。

4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 硫酸(GB/T 625)溶液:1+8;

4.1.2.2 氢氧化钠(GB/T 629)溶液:100g/L;

4.1.2.3 过氧化氢(GB/T 2300)溶液:30%;

4.1.2.4 碘化钾(GB/T 1272);

4.1.2.5 可溶性淀粉:5g/L 溶液;称取 0.5g 淀粉,加 5mL 水使成糊状,在搅拌下加入到 95mL 沸水中。

4.1.2.6 硫代硫酸钠(GB/T 637): $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ 约为 0.1mol/L 标准滴定溶液。

4.1.3 分析步骤

称取 0.5g 试样(精确至 0.000 2g),置于 500mL 碘量瓶中,加 20mL 水,将试样溶解,加 5mL 氢氧化钠溶液,1mL 过氧化氢溶液,加热煮沸;除净过量的过氧化氢,冷却至室温,加 20mL 水、2g 碘化钾、10mL 硫酸溶液,于暗处放置 10min,加 150mL 水,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至溶液呈草绿色,加 3mL 淀粉溶液,继续滴定至溶液呈亮绿色为终点。

与分析试样同样的操作程序,加入同样量的试剂,只是不加试样,进行空白试验。

4.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸铬钾 $[\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 含量 X_1 按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.1665}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中: V ——滴定试验溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——滴定空白溶液消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

m ——试料质量, g;

0.166 5——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 $[c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\text{mol/L}]$ 相当的以克表示的硫酸铬钾的质量。

4.1.5 允许差

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%。

4.2 铁含量的测定

4.2.1 方法提要

在酸性介质中,用高锰酸钾将二价铁离子氧化成三价,加入硫氰酸钾-丁醇溶液生成红色硫氰酸铁络合物,进行比色。

4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 盐酸(GB/T 622)溶液:1+5;

4.2.2.2 高锰酸钾(GB/T 643)溶液:1g/L;

4.2.2.3 硫氰酸钾(GB/T 648)-丁醇(HG/T 3-1012)溶液:将 10g 硫氰酸钾溶于 10mL 水中,加 90mL 正丁醇,用力摇匀。

4.2.2.4 铁标准溶液:1mL 含 0.01mg 铁。

用移液管移取 10mL 按 GB/T 602 配制的铁标准溶液,置于 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.2.3 分析步骤

称取 1g 试样(精确至 0.01g),置于 250mL 烧杯中,加 18mL 盐酸溶液,煮沸 2min,冷却,转移至

100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 5mL,置于 50mL 比色管中,加 15mL 水,滴加高锰酸钾溶液至呈粉红色,加 15mL 硫氰酸钾-丁醇溶液,用水稀释至刻度,摇动 1min,丁醇层所呈颜色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是取 2mL(优等品)、6mL(一等品)或 7.5mL(合格品)的铁标准溶液,置于 50mL 比色管中,从“加 15mL 水……”开始与试验溶液同时同样处理。

5 检验规则

5.1 工业硫酸铬钾应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验。生产厂应保证所有出厂的工业硫酸铬钾产品都符合本标准要求。每批出厂的产品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、净重、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明及标准编号。

5.2 使用单位有权按照本标准的规定对收到的工业硫酸铬钾进行验收。

5.3 每批产品不超过 5t。

5.4 按照 GB/T 6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。每一桶或每一高强复合袋为一包装单元。采样时,将采样器自包装桶或袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样,从每个选取的包装单元中,取出不少于 50g 的样品,将所采样品混匀后按四分法缩分至约 500g,立即装入两个清洁干燥带磨口塞的广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名,一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。

5.5 检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新自两倍量的采样单元数的包装中采样核验,核验结果即使只有一项指标不符合本标准要求,则整批产品不能验收。

5.6 当供需双方对产品质量发生异议时,按《中华人民共和国产品质量法》规定办理。

5.7 采用 GB 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 工业硫酸铬钾包装桶或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、商标、等级、净重、批号或生产日期和本标准编号,及 GB 191 规定的“怕湿”标志。

6.2 工业硫酸铬钾可采用内衬塑料袋的铁桶包装,亦可采用高强复合袋包装。

铁桶包装:内包装用聚乙烯塑料薄膜袋,规格尺寸:900mm×550mm,厚度不小于 0.08mm,外包装采用密封全开口铁桶,规格尺寸:390mm×500mm,厚度 0.5mm。

采用铁桶包装时将工业硫酸铬钾装入内衬聚乙烯塑料袋的铁桶内,将袋内余气排出,用线绳扎紧袋口,盖好桶盖,密封。该产品每桶净重 50kg。

高强复合袋包装采用三层包装,内包装采用两层聚乙烯塑料薄膜袋,规格尺寸:870mm×500mm,厚度不小于 0.05mm,外包装采用高强复合袋,规格尺寸:800mm×450mm。

包装时将工业硫酸铬钾装入衬有两层聚乙烯塑料薄膜袋的高强复合袋内,将袋内余气排出,用线绳分层扎紧袋口或用与其相当的其他方式封口,外袋在距袋边不小于 17mm 处,用特种高强缝纫线缝合,针距 7~12mm,缝线整齐,针距均匀,无漏缝和跳线现象。

缝后用包边纸条“V”形粘封,该产品每袋净重 40kg。

6.3 工业硫酸铬钾在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、包装破损。

6.4 工业硫酸铬钾应贮存在通风、干燥的库房内,防止日晒、受潮。

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院、天津同生化工厂负责起草。

本标准主要起草人肖乃萍、李大华、张静娟。

本标准参照采用 ANSIPH4.151—1986《照相级硫酸铬钾》规格。