

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2678—95

## 工业碱式硫酸铬

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业碱式硫酸铬的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输、贮存。

本标准适用于重铬酸钠或含铬的付产物用硫酸或硫酸氢钠酸化,经还原制得的工业碱式硫酸铬(又名盐基性硫酸铬、铬盐精)。主要用于鞣革及媒染。

分子式: $\text{Cr}(\text{OH})_m(\text{SO}_4)_n \cdot \text{XH}_2\text{O}$

### 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

GB 8946 塑料编织袋

GB 8947 复合塑料编织袋

### 3 产品分类

工业碱式硫酸铬按用途分成两类:

I 类产品为高含量、低碱度产品,主要用于羊皮鞣革用;

II 类产品为低含量、高碱度产品,主要用于牛皮、猪皮鞣革用。

### 4 技术要求

4.1 外观:无定形墨绿色粉末或片状物。

4.2 工业碱式硫酸铬应符合下表要求:

项 目	指 标	
	I 类	II 类
三氧化二铬( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ )含量, %	24~26	21~23
碱度, %	32~34	38~42
铁(Fe)含量, % $\leq$	0.1	0.1
水不溶物含量, % $\leq$	0.1	0.1

对用户需要不同碱度的产品,由供需双方商订。

中华人民共和国化学工业部 1995-04-05 批准

1996-01-01 实施

## 5 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 之规定制备。

### 5.1 三氧化二铬含量的测定

#### 5.1.1 方法提要

试样中的三价铬用过氧化钠氧化成六价铬,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。

#### 5.1.2 试剂和材料

5.1.2.1 硫酸(GB/T 625):1+4 溶液;

5.1.2.2 过氧化钠;

5.1.2.3 碘化钾(GB/T 1272);

5.1.2.4 可溶性淀粉:5g/L 溶液,新鲜制备。

5.1.2.5 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。

#### 5.1.3 分析步骤

称取 5g 试样(精确至 0.000 2g),置于 150mL 烧杯中,加 70~80℃ 热水将试样溶解,冷却后移入 500mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为溶液 A。溶液 A 还用作碱度、铁含量的测定。

用移液管移取 25mL 溶液 A,置于 500mL 碘量瓶中,加约 1g 过氧化钠,加 100mL 水,慢慢加热煮沸,进行铬的氧化,继续加热至溶液体积减少至 25mL 以下停止加热,用少量水冲洗瓶的内壁,冷却至室温,用硫酸溶液中和至橙黄色,再加 10mL 硫酸溶液,加 2g 碘化钾,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黄绿色,加 3mL 淀粉指示液,继续滴定至溶液呈亮绿色为终点,同时作空白试验。

#### 5.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的三氧化二铬( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ )含量  $X_1$  按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{(V - V_0) \cdot c \times 0.02533}{m \times \frac{25}{500}} \times 100$$

$$= \frac{50.66 \times (V - V_0) \cdot c}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $V$ ——滴定试验溶液所消耗的硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

$V_0$ ——滴定空白试验溶液所消耗的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;

$m$ ——试样质量, g;

0.025 33——与 1.00mL 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [ $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\text{mol/L}$ ] 相当的以克表示的三氧化二铬的质量。

#### 5.1.5 允许差

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%。

### 5.2 碱度的测定

#### 5.2.1 方法提要

以酚酞为指示剂,用氢氧化钠溶液滴定试液中部分酸性硫酸铬成分,以求得原试样中的碱度。

#### 5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 氢氧化钠(GB/T 629)标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})$ 约为 0.1mol/L;

5.2.2.2 酚酞(GB/T 10729)指示液:10g/L。

## 5.2.3 分析步骤

于 500mL 瓷蒸发皿中,加入 400mL 煮沸水,加 15~20 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至出现微红色。准确移取 50mL 溶液 A(5.1.3)于瓷蒸发皿中,加热至微沸并趁热用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至生成的氢氧化铬沉淀由绿色变为稳定的淡紫红色(从上面清液中观察),且保持 1min 不变即为终点。

## 5.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的碱度  $X_2$  按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{2V \cdot c - V_1 \cdot c_1}{2V \cdot c} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $V_1$ ——消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积, mL;

$c_1$ ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

$V$ ——5.1.3 条中消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积, mL;

$c$ ——5.1.3 条中硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

2——移取溶液 A(5.1.3)的系数。

## 5.2.5 允许差

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 1.0%。

## 5.3 铁含量的测定

## 5.3.1 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,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。

## 5.3.2 试剂和材料

5.3.2.1 盐酸(GB/T 622)溶液:1+1;

5.3.2.2 过硫酸铵(GB/T 655);

5.3.2.3 硫氰酸钾(GB/T 648)丁醇(GB/T 12590)溶液:将 10g 硫氰酸钾溶于 10mL 水中,加 90mL 丁醇,并用力摇匀。

5.3.2.4 铁标准溶液:1mL 溶液含 0.01mg Fe

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。该溶液使用前制备。

## 5.3.3 仪器、设备

比色管:50mL;

## 5.3.4 分析步骤

用移液管移取 10mL 溶液 A(5.1.3),置于 100mL 烧杯中,加 8mL 盐酸溶液,煮沸 2min,冷却,转移至 100mL 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。用移液管移取 10mL 该溶液,置于 50mL 比色管中,加 2mL 盐酸溶液,加约 50mg 过硫酸铵,加 15mL 硫氰酸钾-丁醇溶液,用水稀释至刻度,摇动 1min,丁醇层所呈红色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液是取 1mL 铁标准溶液,置于 50mL 比色管中,加 10mL 水,从“加 2mL 盐酸溶液……”开始与试验溶液同时同样处理。

## 5.4 水不溶物含量的测定

## 5.4.1 方法提要

将试样溶于水,过滤、洗涤,将残渣干燥、称量。

## 5.4.2 仪器、设备

坩埚式过滤器:滤板孔径为 5~15 $\mu$ m。

## 5.4.3 分析步骤

称取 5g 试样(精确至 0.000 2g),置于 500mL 烧杯中,加 70~80℃的热水 250mL 使试样溶解,趁热用预先在 105~110℃下干燥至恒重的坩埚式过滤器过滤,用水反复洗涤残渣至洗液无色。将坩埚式过滤器于 105~110℃下干燥至恒重。

#### 5.4.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的水不溶物含量  $X_3$  按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:  $m_2$ ——坩埚式过滤器与残渣干燥后的质量, g;

$m_1$ ——坩埚式过滤器的质量, g;

$m$ ——试料质量, g。

#### 5.4.5 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 0.05%。

### 6 检验规则

6.1 本标准所列的全部技术指标项目为型式检验项目,其中三氧化二铬、碱度二项为出厂检验项目,在正常生产情况下,三个月至少进行一次型式检验。

6.2 工业碱式硫酸铬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碱式硫酸铬产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、产品名称、类别、净重、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

6.3 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业碱式硫酸铬产品进行验收。

6.4 每批产品不超过 20t。

6.5 按照 GB/T 6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。每一塑料编织袋为一包装单元。采样时,将采样器斜插入至料层深度的 2/3 处采样,从每个选取的包装单元中,取出不少于 50g 的样品,将所采的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、类别、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。

6.6 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。

6.7 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》的规定办理。

6.8 采用 GB 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合本标准。

### 7 标志、包装、运输、贮存

7.1 工业碱式硫酸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、商标、类别、净重、批号或生产日期和本标准编号,以及 GB 191 中的“怕热”标志和“怕湿”标志。

7.2 工业碱式硫酸铬可采用内衬塑料袋的聚丙烯编织袋包装,内包装用聚乙烯塑料薄膜袋,规格尺寸:1 000mm×650mm,厚度为不小于 0.08mm,外包装采用聚丙烯编织袋,规格尺寸:950mm×600mm,厚度 0.5mm。

包装时将工业碱式硫酸铬装入内衬聚乙烯塑料薄膜袋的聚丙烯编织袋内,将袋内余气排出,内袋用线绳捆扎两次袋口,扎紧,外袋在距袋上端不小于 17mm 处,用缝包机缝合,针距 6~7mm,缝线整齐,针距均匀。无漏缝和跳线现象。该产品每袋净重 25kg。

7.3 工业碱式硫酸铬在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋、包装破损。

7.4 工业碱式硫酸铬应贮存在通风、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、张家港兴达化工厂、济南裕兴化工厂、重庆东风化工厂、长沙铬盐厂高岭分厂、湖北黄石无机盐厂、青海铬盐厂、上海化轻总公司负责起草。

本标准主要起草人刘淑英、邹震球、徐卓良、汪兆禄、都健、程西川、罗桂宾、邸桂华、鞠磊。

本标准非等效采用日本工业标准 JIS K 6506—77《工业碱式硫酸铬试验方法》和日本株式会社规格制定。