



中华人民共和国国家标准

GB 28657—2012

工业重铬酸钾

Potassium dichromate for industrial use

2012-09-03 发布

2013-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准第7章、第8章的8.1、8.3、8.4、第9章为强制性的，其余为推荐性的。

本标准按 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准与 ГОСТ 2652:1978《工业重铬酸钾技术条件》(俄文版)的技术性差异和结构性差异参见附录 A 和附录 B。

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/TC 63/SC 1)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。

本标准主要起草人：李霞、李先荣、赵汝鉴、阳艳、李肖锋。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 1609—1979、HG/T 2324—1992、HG/T 2324—2005。

工业重铬酸钾

1 范围

本标准规定了工业重铬酸钾的要求、试验方法、检验规则,以及标志、标签,包装、运输、贮存和安全。
本标准适用于主要作为生产硫酸铬钾、三氧化二铬、钾铬黄颜料、火柴、搪瓷、电焊条等原料的工业重铬酸钾。

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
- GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件
- HG/T 3696.1—2002 无机化工产品 化学分析用标准滴定溶液的制备
- HG/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用杂质标准溶液的制备
- HG/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用制剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式: $K_2Cr_2O_7$
相对分子质量:294.18(按 2007 年国际相对原子质量)

4 要求

- 4.1 外观:鲜艳橙红色针状或小粒状结晶。
- 4.2 工业重铬酸钾应符合表 1 要求。

表 1 要求

项 目	指 标		
	优等品	一等品	合格品
重铬酸钾(以 $K_2Cr_2O_7$ 计) $w/\%$	≥ 99.8	99.5	99.0
硫酸盐(以 SO_4 计) $w/\%$	≤ 0.02	0.05	0.05
氯化物(以 Cl 计) $w/\%$	≤ 0.03	0.05	0.07
钠(Na) $w/\%$	≤ 0.4	1.0	1.5
水分 $w/\%$	≤ 0.03	0.05	0.05
水不溶物 $w/\%$	≤ 0.01	0.02	0.05

5 试验方法

5.1 安全提示

本试验方法中使用的部分试剂具有毒性、腐蚀性,操作者应小心谨慎!如溅到皮肤上应立即用水冲洗,严重者应立即就医。使用易燃品时,严禁使用明火加热。

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,用目视法判定外观。

5.4 重铬酸钾含量的测定

5.4.1 容量法(仲裁法)

5.4.1.1 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,以邻苯氨基苯甲酸为指示剂,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液变为绿色。

5.4.1.2 试剂

5.4.1.2.1 磷酸。

5.4.1.2.2 硫酸溶液:1+4。

5.4.1.2.3 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.2 \text{ mol/L}$ 。

配制:称取约 80 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 300 mL 硫酸溶液(1+7)中,再加入 700 mL 水,摇匀。此溶液使用前标定。

标定:称取约 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 1 g,置于 500 mL 锥形瓶中,加入 150 mL 水溶解。加入 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 邻苯氨基苯甲酸指示液,继续滴定至溶液由紫红色变为绿色为终点。

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:

$$c = \frac{m}{MV \times 10^{-3}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——基准重铬酸钾质量的数值,单位为克(g);

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

标定的误差应符合 HG/T 3696.1—2002 中 3.6、3.7 规定。

5.4.1.2.4 邻苯氨基苯甲酸指示液:1 g/L。

5.4.1.3 仪器、设备

5.4.1.3.1 称量瓶: $\phi 50\text{ mm} \times 30\text{ mm}$ 。

5.4.1.3.2 电热恒温干燥箱: 温度能控制在 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.4.1.4 分析步骤

5.4.1.4.1 试验溶液 A 的制备

称取 $4.99\text{ g} \sim 5.01\text{ g}$ 试样, 精确至 0.0001 g , 置于 150 mL 烧杯中, 加水溶解后, 转移至 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液为试验溶液 A, 用于重铬酸钾含量、硫酸盐含量(目视比浊法)和钠含量的测定。

5.4.1.4.2 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 邻苯氨基苯甲酸指示液, 继续滴定至溶液由紫红色变为绿色为终点。

5.4.2 电位滴定法

5.4.2.1 方法提要

将试样溶于水, 在酸性介质中, 用硫酸亚铁铵标准滴定溶液进行滴定, 以电位变化率最大点确定反应终点, 求出重铬酸钾含量。

5.4.2.2 试剂

5.4.2.2.1 硫酸溶液: $1+1$ 。

5.4.2.2.2 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.2\text{ mol/L}$ 。

标定: 称取约 0.37 g 研细并于 $120\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的基准重铬酸钾, 精确至 0.0001 g , 置于 500 mL 的烧杯中, 加水至 400 mL , 加入 40 mL 硫酸溶液。将烧杯放在电磁搅拌器上。插入铂电极和饱和甘汞电极, 并进行搅拌, 控制搅拌速度避免溶液溅出。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至黄色消失后, 继续进行微量滴定。电位变化率最大的点即为滴定终点。

计算: 按 5.4.1.2.3 中计算。

5.4.2.3 仪器、设备

5.4.2.3.1 电磁搅拌器。

5.4.2.3.2 指示电极: 铂电极。

5.4.2.3.3 参比电极: 饱和甘汞电极。

5.4.2.3.4 自动电位滴定仪。

5.4.2.4 分析步骤

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A, 置于 500 mL 的烧杯中, 加水至 400 mL , 加入 40 mL 硫酸溶液。将烧杯放在电磁搅拌器上。插入铂电极和饱和甘汞电极, 并进行搅拌, 控制搅拌速度避免溶液溅出。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至黄色消失后, 继续进行微量滴定, 电位变化率最大的点即为滴定终点。

5.4.3 结果计算

重铬酸钾含量以重铬酸钾($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)的质量分数 w_1 计, 按式(2)计算:

$$w_1 = \frac{cVM \times 10^{-3}}{m \times (25/500)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V —— 滴定试验溶液所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积的数值,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 —— 5.4.1.4.1 中称取试料质量的数值,单位为克(g);

M —— 重铬酸钾($\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)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,两次平行测定结果的绝对差值不应大于 0.2%。

5.5 硫酸盐含量的测定

5.5.1 重量法(仲裁法)

5.5.1.1 方法提要

在酸性介质中,用乙醇将样品中的 Cr^{+6} 还原为 Cr^{+3} ,再加入氯化钡溶液,钡离子与样品中硫酸盐生成硫酸钡沉淀。将沉淀过滤、洗涤、灼烧、称重经计算确定硫酸盐含量。

5.5.1.2 试剂

5.5.1.2.1 硫酸。

5.5.1.2.2 95%乙醇。

5.5.1.2.3 盐酸溶液:3+7。

5.5.1.2.4 乙酸溶液:1+1。

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

5.5.1.2.6 硝酸银溶液:17 g/L。

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

5.5.1.2.8 二苯基偶氮碳酰肼指示液:2 g/L。

称取二苯基偶氮碳酰肼($\text{C}_{13}\text{H}_{12}\text{N}_4\text{O}$)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。

5.5.1.3 仪器、设备

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

5.5.1.4 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 100 mL 水溶解。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,在搅拌下滴加约 20 mL 95%乙醇,于沸水浴中加热保温 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¹⁾)。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,加热煮沸。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。在水浴上加热 30 min,保温 2 h 或在室温下放置 8 h。用慢速定量滤纸过滤,用水充分洗涤至无氯离子为止(用硝酸银溶液检验)。

将滤纸及沉淀置于预先于 $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定的瓷坩埚中,在电炉上低温灰化,取下。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。

1) 取 1 滴试液,加入 1 滴二苯基偶氮碳酰肼指示液,若不出现紫红色,则还原完全。

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

5.5.1.5 结果计算

硫酸盐含量以硫酸盐(SO₄)的质量分数 w_2 计,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{0.4116 \times (m_1 - m_0)}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- m_1 ——硫酸钡沉淀物质量的数值,单位为克(g);
- m_0 ——空白试验中沉淀物质量的数值,单位为克(g);
- m ——试料质量的数值,单位为克(g);
- 0.4116 ——硫酸钡换算为硫酸盐(SO₄)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 0.003%。

5.5.2 目视比浊法

5.5.2.1 方法提要

在酸性介质中,硫酸盐与钡离子生成难溶的硫酸钡沉淀,当硫酸盐离子含量较低时,在一定时间内硫酸钡呈悬浮体,使溶液混浊,与硫酸盐的标准比浊液进行目视比浊测定。

5.5.2.2 试剂

5.5.2.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.5.2.2.2 氯化钡(BaCl₂·2H₂O)溶液:100 g/L。

5.5.2.2.3 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO₄)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。此溶液现用现配。

5.5.2.2.4 不含硫酸盐的重铬酸钾溶液:1 mL 溶液含重铬酸钾(K₂Cr₂O₇)0.05 g。

称取 50.0 g±0.1 g 工业重铬酸钾,置于 500 mL 烧杯中,加入 300 mL 水溶解,加热至沸,加入 2 g 氯化钡,保持沸腾 10 min,静置过夜,用玻璃砂芯坩埚(5 μm~15 μm)抽滤,滤液移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.3 分析步骤

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A,置于 50 mL 比色管中,加入 3 mL 盐酸溶液,加入 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,其浊度不应大于标准比浊液。

标准比浊液的制备:在 2 支 50 mL 比色管中分别用移液管加入 5 mL 不含硫酸盐的重铬酸钾溶液,用移液管加入 1.00 mL(优等品)、2.50 mL(一等品、合格品)硫酸盐标准溶液,加入 3 mL 盐酸溶液,再加 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。

离子色谱法测定硫酸盐含量参见附录 C。

5.6 氯化物含量的测定

5.6.1 容量法(仲裁法)

5.6.1.1 方法提要

在微碱性条件下,试样中的氯离子与硝酸银溶液生成沉淀,以微砖红色铬酸银沉淀的生成指示

终点。

5.6.1.2 试剂

5.6.1.2.1 碳酸钠饱和溶液。

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

用移液管移取 50 mL 按 HG/T 3696.1 中规定配制的硝酸银标准滴定溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此标准滴定溶液使用前配制，并贮存于棕色瓶中。

5.6.1.3 仪器

微量滴定管。

5.6.1.4 分析步骤

称取 $2.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，置于 250 mL 锥形瓶中，加入 30 mL 水溶解。小心滴加碳酸钠饱和溶液，至溶液变为黄色，此时 pH 为 7.5~8.0(用精密试纸检验)。然后用硝酸银标准滴定溶液滴定至溶液呈微砖红色为终点。

同时做空白试验，称取 $1.00 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 试样，其他加入的试剂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

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_3 计，按式(4)计算：

$$w_3 = \frac{c(V - V_0)M \times 10^{-3}}{m - m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

V ——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 ——试料质量的数值，单位为克(g)；

m_0 ——空白试验中试料质量的数值，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 0.002%。

5.6.2 离子色谱法

5.6.2.1 方法提要

将试样溶解后，用水合肼将六价铬还原为三价铬，将沉淀分离除去，注入离子色谱仪中测定。

5.6.2.2 试剂

5.6.2.2.1 水合肼溶液：1+10；

量取 10 mL 水合肼(85%)与 100 mL 水混匀。

5.6.2.2.2 氯化物标准溶液：1 mL 溶液含氯化物(Cl)0.05 mg；

用移液管移取 5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的氯化物标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

5.6.2.2.3 一级水：符合 GB/T 6682—2008 中规定。

5.6.2.3 仪器、设备²⁾

5.6.2.3.1 离子色谱仪。

5.6.2.3.2 样品前处理柱:氢柱。

5.6.2.3.3 0.22 μm 水性微孔滤膜过滤器。

5.6.2.3.4 高速离心机:配有 100 mL 离心管。

5.6.2.4 仪器参考条件

5.6.2.4.1 色谱柱:IonPac AS11-HC 250 mm×4 mm(带 IonPac AG11-HC 50 mm×4 mm 保护柱)或相当者。

5.6.2.4.2 抑制器:ASRS ULTRA II,自循环电抑制或相当者。

5.6.2.4.3 检测器:电导检测器,若能确认有同样功能的其他检测器也可使用。

5.6.2.4.4 淋洗液:氢氧化钾梯度淋洗液(淋洗过程为初始浓度 5 mmol/L,终点浓度 40 mmol/L,淋洗时间为 40 min,淋洗流量为 1.0 mL/min)。种类和浓度不同的其他淋洗液,若能确认有上面同样功能都可以使用。

5.6.2.4.5 淋洗液流量:1.0 mL/min。

5.6.2.4.6 进样器:0.025 mL。

5.6.2.5 分析步骤

5.6.2.5.1 工作曲线的绘制

分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 氯化物标准溶液置于 100 mL 容量瓶中,加水至刻度,摇匀。溶液的浓度分别为 0 mg/mL、0.000 5 mg/mL、0.001 mg/mL、0.002 mg/mL、0.003 mg/mL、0.004 mg/mL,将此系列标准溶液分别经过 0.22 μm 的微孔滤膜过滤器,舍弃初始的 10 mL 滤液,将滤液过氢柱后直接进入离子色谱仪。以氯化物浓度为横坐标,峰高或峰值面积为纵坐标绘制工作曲线。

5.6.2.5.2 测定

称取约 0.5 g 试样,精确至 0.01 g,置于 100 mL 烧杯中,加入 50 mL 水溶解。在电磁搅拌下逐滴加入 4 mL 水合肼溶液,继续搅拌 40 min 后,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。置于离心管中,高速离心 10 min,将上清液经过 0.22 μm 的微孔滤膜过滤器,舍弃初始的 10 mL 滤液,将滤液过氢柱后直接进入离子色谱仪。根据峰高或峰面积,在工作曲线上查出试验溶液中氯化物浓度。

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

5.6.2.6 结果计算

氯化物含量以氯(Cl)的质量分数 w_3 计,按式(5)计算:

$$w_3 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 100 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

ρ_1 ——由工作曲线上查得的试验溶液中氯化物的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

ρ_0 ——由工作曲线上查得的空白试验溶液中氯化物的浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);

2) 所列仪器及配置仅供参考,同等性能仪器及配置均可使用。

m ——试料质量的数值,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应大于 0.002%。

5.7 钠含量的测定

5.7.1 方法提要

将试样溶解,采用火焰原子吸收分光光度计于 589.0 nm 波长下用标准加入法测定钠含量。

5.7.2 试剂

5.7.2.1 盐酸溶液:1+1。

5.7.2.2 钠标准溶液:1 mL 溶液含钠(Na)0.01 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准溶液,置于 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。该溶液现用现配。

5.7.2.3 二级水:符合 GB/T 6682—2008 规定。

5.7.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:配有钠空心阴极灯。

5.7.4 分析步骤

用移液管移取 20 mL 试验溶液 A 于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

分别移取 2.00 mL(优等品)或者 1.00 mL(一等品、合格品)上述试验溶液,置于四个 100 mL 容量瓶中,在各容量瓶中分别移入 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 钠标准溶液,各加入 5 mL 盐酸溶液,用水稀释至刻度,摇匀。溶液中钠含量的浓度分别为 0 mg/L、0.2 mg/L、0.4 mg/L、0.6 mg/L。在原子吸收分光光度计上,于波长 589.0 nm 处,空气-乙炔火焰,用水调零,测定其吸光度。

以试验溶液中加入钠的浓度为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线,曲线反向延长与横坐标相交处,即为试验溶液中钠的浓度。

5.7.5 结果计算

钠含量以钠(Na)的质量分数 w_4 计,按式(6)计算:

$$w_4 = \frac{\rho_1 \times 0.1 \times 10^{-3}}{m \times (20/500) \times (V/100)} \times 100\% \dots\dots\dots(6)$$

式中:

ρ_1 ——从工作曲线上查出的试验溶液中钠的浓度数值,单位为毫克每升(mg/L);

m ——5.4.1.4.1 中称取试料质量的数值,单位为克(g);

V ——移取二次稀释后试验溶液的体积,单位为毫升(mL)。

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 0.04%。

5.8 水分的测定

5.8.1 方法提要

在 105℃±2℃,将试样干燥至质量恒定。根据干燥前后样品质量的差值确定水分。

5.8.2 仪器、设备

5.8.2.1 称量瓶:φ50 mm×30 mm。

5.8.2.2 电热恒温干燥箱:温度能控制在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.8.3 分析步骤

称取约 10 g 试样,精确至 0.000 1 g。置于预先在于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的称量瓶中,在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

5.8.4 结果计算

水分以质量分数 w_5 计,按式(7)计算:

$$w_5 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

m_1 ——干燥后试料质量的数值,单位为克(g);

m ——试料质量的数值,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%。

5.9 水不溶物含量的测定

5.9.1 方法提要

将试样溶解后,经抽滤,洗涤,烘干,称量后确定水不溶物的含量。

5.9.2 仪器、设备

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

5.9.3 分析步骤

称取约 50 g 试样,精确至 0.01 g,置于 500 mL 烧杯中,加入 300 mL 水,盖上表面皿,加热至沸,在沸水浴中保温 1 h,用预先在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘干至质量恒定的玻璃砂芯坩埚抽滤,用热水洗涤至滤板无黄色,将玻璃砂芯坩埚连同水不溶物于 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘干至质量恒定。

5.9.4 结果计算

水不溶物以质量分数 w_6 计,按式(8)计算:

$$w_6 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

m_1 ——玻璃砂芯坩埚质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——干燥后玻璃砂芯坩埚和水不溶物质量的数值,单位为(g);

m ——试料质量的数值,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 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重铬酸钾为一批,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桶或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,分装于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 工业重铬酸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、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”标签和 GB/T 191—2008 中规定的“向上”(桶装)、“怕晒”、“怕雨”的标志。

7.2 每批出厂的工业重铬酸钾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、运输和贮存

8.1 工业重铬酸钾采用双层包装。外包装采用符合铁路运输相关规定的密封、全开口钢桶。或使用其他符合 GB 12463—2009 中规定的Ⅱ级包装形式。内包装采用塑料袋,包装时将空气排净后,袋口双层扎口或封口,严密不漏。外包装桶应完全密封,插销卡牢扣紧。其他形式包装也应保证内外包装封口严密不漏。

8.2 每桶净含量为 25 kg、50 kg、100 kg 或与客户协商确定包装净含量。

8.3 工业重铬酸钾在运输中应有遮盖物,防止日晒、雨淋,包装不应破损,不应倒置。不应与易燃物、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。

8.4 工业重铬酸钾应贮存在通风、干燥的库房内。防止日晒、受潮、防撞击、远离易(可)燃物,不应与有机物、还原剂、活性金属粉末、食用化学品同仓共贮。

9 安全

9.1 工业重铬酸钾系强氧化剂,不应与易燃物、有机物接触摩擦,撞击。

9.2 工业重铬酸钾有毒,当空气中重铬酸钾超过允许浓度时,会引起鼻粘膜溃烂,重铬酸钾的溶液和粉末刺激皮肤、眼睛和鼻粘膜,当破伤的皮肤与接触时,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。重铬酸钾吸入体内,会引起严重的中毒。

9.3 凡接触工业重铬酸钾的工作人员,应遵守下列规则:

工作前应穿着符合标准规范的工作服,应使用个人专用的防护用品,如过滤式防毒面具、耐腐手套及衣服等以防灼伤。

工作时经常注意通风装置的正常运行,遵守个人卫生规则,工作结束务必沐浴,皮肤上有破伤处,应涂敷防护药膏。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与俄罗斯标准技术性差异及其原因

表 A.1 给出了本标准与俄罗斯标准 ГОСТ 2652:1978《工业重铬酸钾技术条件》(俄文版)技术性差异及其原因。

表 A.1 本标准与俄罗斯标准 ГОСТ 2652:1978《工业重铬酸钾技术条件》技术性差异及其原因

本标准的章 条编号	技术性差异	原 因
4.2 和 5.7	本标准较俄罗斯标准增加了钠含量指标及分析方法。	生产厂家及用户的需要。
5.4.2	重铬酸钾含量的测定本标准较俄罗斯标准增加了电位滴定法。	电位滴定法具有快速、准确的优点,此法在我国已被广泛应用。
5.5	本标准中硫酸盐含量的测定采用重量法、目视比浊法并列,并将离子色谱法列入资料性附录;俄罗斯标准采用光电比色法。	光电比色计在国内应用较少,本标准将快速的限量比浊法和步骤繁琐但准确的重量法并列,可供对测定有不同要求的厂家使用。
5.6	氯化物测定采用了硝酸银容量法、离子色谱法;俄罗斯标准采用硝酸汞容量法。	由于硝酸银容量法无需使用有毒试剂硝酸汞,符合环保要求。在我国部分生产企业已使用离子色谱法测定氯化物,根据生产厂家及用户的需要,并列了离子色谱法。

附 录 B
(资料性附录)

本标准与俄罗斯标准结构性差异

表 B.1 给出了本标准与俄罗斯标准 ГОСТ 2652:1978《工业重铬酸钾技术条件》(俄文版)结构性差异。

表 B.1 本标准与俄罗斯标准 ГОСТ 2652:1978《工业重铬酸钾技术条件》结构性差异

本标准		ГОСТ 2652:1978	
章 节	内 容	章 节	内 容
前言	前言	—	—
1	范围	1	适用范围
2	规范性引用文件	2	品质
3	分子式和相对分子质量	3	试料采取方法
4	要求	—	—
4.1	外观	—	—
4.2	要求		
5	试验方法	4	试验方法
6	检验规则	5	检查
7	标志、标签	6	表示
8	包装、运输和贮存	—	—
9	安全	—	—

附 录 C
(资料性附录)
离子色谱法测定硫酸盐含量

C.1 方法提要

用水溶解试样后,用水合肼将六价铬还原为三价铬,将沉淀分离除去,注入离子色谱仪中测定。

C.2 试剂

C.2.1 水合肼溶液:1+10。

量取 10 mL 水合肼(85%)与 100 mL 水混匀。

C.2.2 硫酸盐标准溶液:1 mL 溶液含硫酸盐(SO_4)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。该溶液现用现配。

C.2.3 一级水:符合 GB/T 6682—2008 中规定。

C.3 仪器、设备³⁾

C.3.1 离子色谱仪。

C.3.2 样品前处理柱:氢柱。

C.3.3 0.22 μm 水性微孔滤膜过滤器。

C.3.4 高速离心机:配有 100 mL 离心管。

C.4 仪器参考条件

C.4.1 色谱柱:IonPac AS11-HC 250 mm $\times$ 4 mm(带 IonPac AG11-HC 50 mm $\times$ 4 mm 保护柱)或相当者。

C.4.2 抑制器:ASRS ULTRA II,自循环电抑制或相当者。

C.4.3 检测器:电导检测器,若能确认有同样功能的其他检测器也可使用。

C.4.4 淋洗液:氢氧化钾梯度淋洗液(淋洗过程为初始浓度 5 mmol/L,终点浓度 40 mmol/L,淋洗时间为 40 min,淋洗流量为 1.0 mL/min)。种类和浓度不同的其他淋洗液,若能确认有上面同样功能,都可以使用。

C.4.5 淋洗液流量:1.0 mL/min。

C.4.6 进样器:0.025 mL。

C.5 分析步骤

C.5.1 工作曲线的绘制

分别移取 0 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 硫酸盐标准溶液置于 50 mL

3) 所列仪器及配置仅供参考,同等性能仪器及配置均可使用。

容量瓶中,加水至刻度,摇匀。溶液的浓度分别为 0 mg/mL、0.005 mg/mL、0.010 mg/mL、0.015 mg/mL、0.020 mg/mL、0.025 mg/mL,将此系列标准溶液分别经过 0.22 μm 的微孔滤膜过滤器,舍弃初始的 10 mL 滤液,将滤液过氢柱后直接进入离子色谱仪。以硫酸盐浓度为横坐标,峰高或峰值面积为纵坐标绘制工作曲线。

C.5.2 测定

称取约 1 g 试样,精确至 0.01 g。溶于 50 mL 水中,在电磁搅拌下逐滴加入 10 mL 水合肼溶液,继续搅拌 40 min 后,全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。置于离心管中,高速离心 10 min,将上清液经过 0.22 μm 的微孔滤膜过滤器,舍弃初始的 10 mL 滤液,将滤液过氢柱后直接进入离子色谱仪。根据峰高或峰面积,在工作曲线上查出硫酸盐浓度。

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

C.6 结果计算

硫酸盐含量以硫酸盐(SO₄)的质量分数 w_1 计,按式(C.1)计算:

$$w_1 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 100 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

- ρ_1 ——由工作曲线上查得的试验溶液中硫酸盐浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- ρ_0 ——由工作曲线上查得的空白试验溶液中硫酸盐浓度的数值,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- m ——试料质量的数值,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应大于 0.005%。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工 业 重 铬 酸 钾
GB 28657—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 28 千字
2012 年 12 月第一版 2012 年 12 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-45884 定价 21.00 元



GB 28657-2012