

ICS 71.060.20

CCS G 13

HG

# 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2775—XXXX

代替 HG/T 2775—2010

## 工业三氧化二铬

Chromium oxide for industrial use

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替HG/T 2775—2010《工业三氧化二铬》，与HG/T 2775—2010相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了产品的分类（见 5.2，2009 年版的 4.2）
- b) 更改了水溶性铬为水溶性 6 价铬（见 5.2，2009 版的 4.2）
- c) 增加了碳、硫含量的指标要求及试验方法（见 5.2 及 7.7）；
- d) 增加了铁含量的指标要求及试验方法（见 5.2 及 7.8）；
- e) 增加了二氧化硅含量的指标要求及试验方法（见 5.2 及 7.10）；
- f) 增加了灼烧减量的指标要求及试验方法（见 5.2 及 7.13）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件由全国化学标准化技术委员会无机化工分技术委员会（SAC/TC63/SC1）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1996年首次发布为HG/T 2775—1996，2010年第一次修订；

——本次为第二次修订。

# 工业三氧化二铬

## 1 范围

本文件规定了工业三氧化二铬的分类、要求、试验方法、检验规则以及标志、标签、包装、运输、贮存。

本文件适用于工业三氧化二铬。

注：该产品主要用于颜料、磨料、冶金及耐火材料行业，也用作有机合成的铬催化剂及生产碳化铬等的原材料。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 1864 颜料颜色的比较

GB/T 3049—2006 工业用化工产品 铁含量测定的通用方法 1,10-菲罗啉分光光度法

GB/T 5211.19 着色颜料相对着色力和冲淡色的测定 目视比较法

GB/T 6003.1—2022 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

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、制剂及制品的制备 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、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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 分子式和相对分子质量

分子式： $\text{Cr}_2\text{O}_3$

相对分子质量：151.99（按2022年国际相对原子质量）

## 5 分类

工业三氧化二铬按用途分为4类：

- a) I类主要用于颜料行业；
- b) II类主要用于磨料行业；
- c) III类主要用于冶金行业；
- d) IV类主要用于耐火材料行业。

## 6 要求

6.1 外观：绿色或暗绿色粉末。

6.2 工业三氧化二铬按照本文件规定的试验方法检测应符合表1的规定。

表 1

项 目	指 标											
	I 类			II 类			III类			IV类		
	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品	优等品	一等品	合格品
三氧化二铬（以 Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 计） w/% ≥	99.3	99.0	98.0	99.3	99.0	98.0	99.3	99.0	98.0	99.3	99.0	98.0
水溶性 6 价铬（以 Cr 计） w/% ≤	0.002	0.020	0.030	0.002	0.020	0.030	—	—	—	0.002	0.020	0.030
水分 w/% ≤	0.15	0.15	0.30	0.15	0.15	0.30	0.15	0.15	0.30	0.15	0.15	0.30
水溶物 w/% ≤	0.1	0.3	0.4	0.2	0.3	0.5	0.1	0.3	0.4	0.1	0.3	0.4
碳（C） w/% ≤	—			—			0.004	0.008	0.012	—		
硫（S） w/% ≤	—			—			0.002	0.006	0.010	—		
铁（Fe） w/% ≤	0.04	0.06	0.10	—			0.05	0.08	0.10	—		
二氧化硅（以 SiO <sub>2</sub> 计） w/% ≤	—			—			0.04	0.06	0.08	—		
pH（100g/L 悬浮液）	6~8	5~8	5~8	—	—	—	—			—		
吸油量 w/(g/100g)	15~25	15~25	15~25	≤20	≤25	≤25	—			—		
细度（0.045mm 试验筛筛余物） w/% ≤	0.1	0.2	0.3	0.2			—			—		
色光	用户协商			—			—			—		
相对着色力/%	用户协商			—			—			—		

## 7 试验方法

警示：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！挥发性物质、有刺激性气味物质，操作时应在通风良好的通风橱中进行。如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

### 7.1 一般规定

本文件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。

### 7.2 外观检验

在自然光下，于白色衬底的表面皿或白瓷板上用目视法判定外观。

### 7.3 三氧化二铬含量的测定

#### 7.3.1 原理

试样酸溶后，3 价铬被过硫酸铵氧化成 6 价铬，在酸性介质中 6 价铬离子与 2 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至溶液变为绿色。

#### 7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 高氯酸。

7.3.2.2 磷酸。

7.3.2.3 硫酸溶液：1+4。

7.3.2.4 硫、磷混合酸：6+4。

缓缓将 300 mL 硫酸加入 200 mL 磷酸中。

7.3.2.5 过硫酸铵溶液：200 g/L。

称取 100 g 过硫酸铵，溶于水，用水稀释至 500 mL。

7.3.2.6 硝酸银溶液：25 g/L。

称取 2.50 g 硝酸银，溶于水，用水稀释至 100 mL，贮存于棕色试剂瓶中，避光保存。

7.3.2.7 硫酸亚铁铵标准滴定溶液： $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.2 \text{ mol/L}$ 。按下列方法进行配制、标定和计算。

- 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 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。

c) 计算：硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度  $c$ ，数值以 mol/L 表示，按公式（1）计算：

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

式中：

$m$ ——基准重铬酸钾的质量的数值，单位为克（g）；

$M$ ——重铬酸钾（ $1/6 K_2Cr_2O_7$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=49.03$ ）；

$V$ ——滴定所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）。

取三次平行测定结果的算术平均值为测定结果，三平行标定结果的极差与平均值之比不应大于 0.2 %。

#### 7.3.2.8 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，加入 0.1 g N-苯基邻氨基苯甲酸，搅拌至溶解。

### 7.3.3 仪器设备

7.3.3.1 称量瓶：Φ 50 mm×30 mm。

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

### 7.3.4 试验步骤

称取约 0.2 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于 500 mL 锥形瓶中，加入 20 mL 硫、磷混合酸，2 mL 高氯酸，于电炉上加热至溶液透明且底部无绿色颗粒。取下，冷却，加 150 mL 水，5 mL 硝酸银溶液，20 mL 过硫酸铵溶液，摇匀，继续加热至小泡转大泡（破坏过量的氧化剂），保持 10 min。取下，冷却，加水稀释至约 200 mL，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。

### 7.3.5 试验数据处理

三氧化二铬含量以三氧化二铬（ $Cr_2O_3$ ）的质量分数  $w_1$  计，按公式（2）计算：

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

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）；

$M$ ——三氧化二铬（ $1/6 Cr_2O_3$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=25.33$ ）；

$m$ ——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应大于 0.2 %。

## 7.4 水溶性 6 价铬含量的测定

#### 7.4.1 原理

在酸性介质中，6 价铬与二苯基偶氮碳酰二肼生成紫红色络合物，使用分光光度计，于 540 nm 波长处，采用工作曲线法测定。

#### 7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 硫酸。

7.4.2.2 磷酸。

7.4.2.3 二苯基碳酰二肼指示液：2 g/L。

称取 0.2 g 二苯基碳酰二肼，溶于 50 mL 丙酮中，用水稀释至 100 mL，摇匀，置于棕色瓶中，于低温下保存。颜色变深则不能使用。

7.4.2.4 铬标准溶液 A：1 mL 溶液含铬（Cr）0.005 mg。

用移液管移取 1 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铬标准溶液，置于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液使用前配制。

#### 7.4.3 仪器设备

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

7.4.3.2 分光光度计：配有 3 cm 比色皿。

#### 7.4.4 试验步骤

##### 7.4.4.1 工作曲线的绘制

分别移取 0 mL，1.00 mL，2.00 mL，3.00 mL，4.00 mL，5.00 mL 铬标准溶液 A，置于 6 个 50 mL 容量瓶中，分别加水至约 40 mL，加入 0.5 mL 硫酸、0.5 mL 磷酸，摇匀，加入 2.0 mL 二苯基碳酰二肼指示液，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min。使用 3 cm 比色皿，于 540 nm 波长处，以水为参比，测量吸光度。以铬的质量为横坐标，相应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

##### 7.4.4.2 试验

称取约 2 g 试样（精确至 0.01 g），置于 150 mL 烧杯中，加入 100 mL 水，加热煮沸 5 min，冷却，转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用慢速定量滤纸或玻璃砂坩埚反复过滤至滤液清澈。

用移液管移取一定量滤液（优等品 25 mL、一等品、合格品 10 mL）置于 50 mL 容量瓶中，加水至约 40 mL，加入 0.5 mL 硫酸、0.5 mL 磷酸，摇匀，加入 2.0 mL 二苯基碳酰二肼指示液，用水稀释至刻度，摇匀，放置 10 min。用 3 cm 比色皿，于 540 nm 波长处，以水为参比，测量吸光度。从工作曲线查得试验溶液中铬的质量浓度。

同时做空白试验，除不加试样外，其他加入的试剂种类和量与试样完全相同，并同样处理。

#### 7.4.5 试验数据处理

水溶性 6 价铬含量以铬（Cr）的质量分数  $w_2$  计，按公式（3）计算：



$$w_2 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times (V/250)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得的试验溶液中铬的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m_0$ ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铬的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$V$ ——移取的试验溶液的体积的数值，单位为毫升（mL）；

$m$ ——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为：优等品不大于 0.0005%，一等品、合格品不大于 0.003%。

## 7.5 水分的测定

### 7.5.1 仪器设备

7.5.1.1 称量瓶：Φ 50 mm×30 mm。

7.5.1.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105℃±2℃。

### 7.5.2 试验步骤

称取约 10 g 试样（精确至 0.01 g），置于预先于 105℃±2℃干燥至质量恒定的称量瓶中，于 105℃±2℃的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

### 7.5.3 试验数据处理

水分以质量分数  $w_3$  计，按公式(4)计算：

$$w_3 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$m_1$ ——干燥后试料的质量的数值，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 0.01 %。

## 7.6 水溶物含量的测定

### 7.6.1 原理

试样加水煮沸，经过滤、洗涤后，将滤液蒸干，称量后确定水溶物的含量。

### 7.6.2 仪器设备

7.6.2.1 玻璃砂坩埚：滤板孔径 5 μm~15 μm。

7.6.2.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105℃±2℃。

7.6.2.3 恒温水浴。

### 7.6.3 试验步骤

称取约 10 g 试样（精确至 0.01 g），置于 400 mL 烧杯中，加少量水润湿试样，加入 200 mL 水，加热煮沸 5 min，取下，冷却，转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，用慢速定量滤纸或玻璃砂芯坩埚反复过滤至滤液清澈。

用移液管移取 100 mL 滤液，置于预先于 105 °C ± 2 °C 干燥至质量恒定的蒸发皿中，在水浴上蒸发至干，置于 105 °C ± 2 °C 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

### 7.6.4 试验数据处理

水溶物以质量分数  $w_4$  计，按公式（5）计算：

$$w_4 = \frac{m_1 - m_2}{m \times (100/250)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$m_1$ ——干燥后蒸发皿和水溶物的质量的数值，单位为克（g）；

$m_2$ ——蒸发皿的质量的数值，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 0.02 %。

## 7.7 碳含量、硫含量的测定

### 7.7.1 原理

试样在高频感应炉的氧气流中加热燃烧，生成的二氧化碳（或一氧化碳）、二氧化硫由氧气载至红外线分析器的测量室，二氧化碳（或一氧化碳）、二氧化硫吸收特定波长的红外能，其吸收能与其浓度成正比，根据检测器接收能量的变化测得碳、硫含量。

### 7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1 标准样品：三氧化二铬（或金属铬），碳、硫含量应与待测试样碳、硫含量接近。

7.7.2.2 助熔剂纯铁：纯度 ≥ 99.8 %，碳量 ≤ 0.001 %，硫量 ≤ 0.001 %，粒度 0.4 mm ~ 0.8 mm。

7.7.2.3 助熔剂钨粒：碳量 ≤ 0.0008 %，硫量 ≤ 0.000 5 %。

7.7.2.4 助熔剂锡粒：碳量 ≤ 0.002 %，硫量 ≤ 0.000 5 %。

7.7.2.5 氧气：纯度 ≥ 99.5 %。

### 7.7.3 仪器设备

7.7.3.1 高频燃烧红外碳硫分析仪。

7.7.3.2 瓷坩埚：φ23 mm × 23 mm 或 φ25 mm × 25 mm，并在高于 1200 °C 的高温炉中灼烧 1 h 以上。

7.7.3.3 坩埚钳。

### 7.7.4 试验步骤

#### 7.7.4.1 空白试验

称取  $0.30\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  助熔剂纯铁、 $1.5\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  助熔剂钨粒、 $0.20\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  助熔剂锡粒，置于瓷坩埚内，用坩埚钳将坩埚置于炉台坩埚座上，重复测量足够次数，记录比较稳定一致的三次读数，计算平均值并输入仪器中，仪器在测量试料时进行空白值的电子补偿。

#### 7.7.4.2 校正试验

用标准样品对仪器进行校正。校正后测定标准样品中碳含量、硫含量，测定结果与标准样品碳含量、硫含量的相对差值应不大于 10%，否则再次进行校正。

当分析条件变化时，如仪器尚未预热到 1 h，氧气源、坩埚或助熔剂的空白值已发生改变时，应重新测定空白值并校正。

#### 7.7.4.3 试验

在瓷坩埚中预先加入  $0.30\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  助熔剂纯铁，铺平，称取约 0.3 g 研细并干燥过的试样（精确至  $0.0002\text{ g}$ ），置于瓷坩埚内，一次均匀覆盖  $1.5\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  助熔剂钨粒、 $0.20\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$  助熔剂锡粒。在仪器的最佳测定条件，输入试料质量，用坩埚钳将瓷坩埚置于炉台坩埚座上，进行测定，在仪器上读取碳、硫的质量分数。

取两次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 0.0005%。

注：可根据仪器要求确定助熔剂的种类和量。

### 7.8 铁含量的测定

#### 7.8.1 分光光度法

##### 7.8.1.1 原理

试样以硝酸钾和氢氧化钠熔融，用盐酸羟胺将 3 价铁还原为 2 价铁，2 价铁离子与 1,10-菲啰啉反应生成橙红色络合物，使用分光光度计，于 510 nm 波长下，采用工作曲线法测定试样中铁含量。

##### 7.8.1.2 试剂或材料

7.8.1.2.1 硝酸钾。

7.8.1.2.2 氢氧化钠。

7.8.1.2.3 盐酸。

7.8.1.2.4 盐酸溶液：1+1。

7.8.1.2.5 盐酸溶液：1+4。

7.8.1.2.6 盐酸羟胺溶液：10%。

7.8.1.2.7 乙酸-乙酸钠缓冲溶液：pH≈4.7。

称取 54.5 g 乙酸钠，加 200 mL 水溶解，加 22 mL 冰乙酸，用水稀释至 2000 mL，混匀。

7.8.1.2.8 1,10-菲啰啉溶液：5 g/L。

称取 0.50 g 1,10-菲啰啉，溶于 10 mL 无水乙醇中，用水稀释至 100 mL，摇匀。

7.8.1.2.9 铁标准溶液：1 mL 溶液含铁（Fe）0.01 mg。

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

7.8.1.2.10 铬标准溶液 B：1 mL 溶液含铬（Cr）3.0 mg。

称取 8.4870 g 预先于 120 °C±2 °C 干燥至质量恒定的基准重铬酸钾，置于 500 mL 烧杯中，加入约 50 mL 水，溶解，冷却后转移至 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

### 7.8.1.3 仪器设备

7.8.1.3.1 银坩埚：具盖。

7.8.1.3.2 高温电炉：温度能控制在 650 °C±25 °C。

7.8.1.3.3 分光光度计：带有光程为 5 cm 的比色皿。

### 7.8.1.4 试验步骤

#### 7.8.1.4.1 试验溶液的制备

称取约 0.1 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于银坩埚中，加入 0.2 g 硝酸钾、1.0 g 氢氧化钠，盖上坩埚盖。置于高温电炉内，于 650 °C±25 °C 熔融 30 min，取出冷却。在 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中用 100 mL 煮沸的水浸取熔融物，用盐酸溶液洗坩埚，再用热水洗坩埚，加入 20 mL 盐酸溶液，冷却，转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 7.8.1.4.2 空白试验溶液的制备

称取 0.2 g 硝酸钾、1.0 g 氢氧化钠，于 650 °C±25 °C 熔融 10 min，置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中加入 100 mL 水、20 mL 盐酸溶液，冷却后转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 7.8.1.4.3 工作曲线的绘制

分别移取 4.50 mL 铬标准溶液 B，置于 6 个 100 mL 容量瓶中，分别移入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铁标准溶液，加入 2 mL 盐酸溶液（7.8.1.2.4）、5 mL 盐酸羟胺溶液、10 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液、5 mL 1,10-菲罗啉溶液，用水稀释至刻度线，摇匀，放置 5 min~10 min。使用 5 cm 比色皿，于 510 nm 波长处，以水为参比，测定标准系列溶液的吸光度。以铁的含量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

#### 7.8.1.4.4 试验

分别移取 50.00 mL 试验溶液和空白试验溶液，置于 2 个 100 mL 容量瓶中，以下操作按照 7.8.1.4.3 中从“加入 5 mL 盐酸羟胺”……“放置 5 min~10 min。”，使用 5 cm 比色皿，于 510 nm 波长处，测量试验溶液和空白试验溶液的吸光度。从工作曲线上查得铁的质量。

#### 7.8.1.4.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）的质量分数  $w_5$  计，按公式（6）计算：

$$w_5 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times (50/250)} \times 100\% \dots\dots\dots(6)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得的试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m_0$ ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$ ——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为：优等品不大于0.001%，一等品、合格品不大于0.003%。

## 7.8.2 原子吸收分光光度法（仲裁法）

### 7.8.2.1 原理

将试样加酸溶解后，使用火焰原子吸收分光光度计，于波长 248.3 nm 处，采用工作曲线法测定铁含量。

### 7.8.2.2 试剂和材料

7.8.2.2.1 高氯酸：优级纯。

7.8.2.2.2 硫酸：优级纯。

7.8.2.2.3 铁标准溶液：1 mL 溶液含铁（Fe）0.10 mg。

用移液管移取 10 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。该溶液现用现配。

7.8.2.2.4 水，GB/T 6682—2008，二级水。

### 7.8.2.3 仪器设备

火焰原子吸收分光光度计：配有铁空心阴极灯。

### 7.8.2.4 试验步骤

#### 7.8.2.4.1 工作曲线的绘制

分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL 的铁标准溶液，分别置于四支 50 mL 容量瓶中，浓度分别为 0 mg/L、0.5 mg/L、1 mg/L、1.5 mg/L、2 mg/L、2.5 mg/L。用水稀释至刻度，摇匀。在火焰原子吸收分光光度计上，于波长 248.3 nm 处，使用空气-乙炔火焰，用水调零，测定其吸光度。以铁的质量浓度为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

#### 7.8.2.4.2 测定

称取约 0.5 g 试样（精确至 0.000 2 g）。加入 5 mL 浓硫酸、5 mL 高氯酸，加热溶解至红色且底部无绿色颗粒，取下冷却，转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

在火焰原子吸收分光光度计上，于波长 248.3 nm 处，使用空气-乙炔火焰，用水调零，测定其吸光度。从工作曲线上查得试验溶液中铁的质量浓度。

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

### 7.8.2.5 试验数据处理

铁含量以铁（Fe）质量分数  $w_5$  计，按公式（7）计算：

$$w_5 = \frac{(\rho - \rho_0) \times 0,25 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (7)$$

式中：

$\rho$ ——由工作曲线上查得的试验溶液中铁的浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

$\rho_0$ ——由工作曲线上查得的空白试验溶液中铁的浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

$m$ ——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优等品不大于 0.000 3 %、一等品和合格品不大于 0.000 6 %。

#### 7.8.2.6 试验数据处理

#### 7.8.3 电感耦合等离子体发射光谱法

见 7.10。

### 7.9 硅含量的测定

#### 7.9.1 分光光度法（仲裁法）

##### 7.9.1.1 原理

试样用硝酸钾和氢氧化钠熔融，浸取，用亚硫酸钠还原六价铬。在酸性条件下硅与钼酸铵生产蓝色络合物，使用分光光度计，于 810 nm 波长下，采用工作曲线法测定试样中硅含量。

##### 7.9.1.2 试剂或材料

7.9.1.2.1 硝酸钾：优级纯。

7.9.1.2.2 氢氧化钠：优级纯。

7.9.1.2.3 盐酸溶液：1+1。

7.9.1.2.4 盐酸溶液：1+4。

7.9.1.2.5 亚硫酸钠溶液：10 %。

7.9.1.2.6 硫酸-草酸溶液。

称取 50 g 草酸，置于 2000 mL 烧杯中，加入 500 mL 水，缓慢加入 200 mL 硫酸，用水稀释至约 2000 mL，摇匀。

7.9.1.2.7 钼酸铵溶液：5 %。

过滤后使用。

7.9.1.2.8 硫酸亚铁铵溶液：6 %。

称取 6 g 硫酸亚铁铵，溶于少量水中，加入 1 mL 硫酸（1+4），用水稀释至 100 mL，摇匀。

7.9.1.2.9 二氧化硅标准溶液：1 mL 溶液含二氧化硅（SiO<sub>2</sub>）0.01 mg。

用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的二氧化硅标准贮备溶液，置于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.9.1.2.10 铬标准溶液 B：1 mL 溶液含铬（Cr）3.0 mg。

称取 8.4870 g 预先于 120 °C±2 °C 干燥至质量恒定的基准重铬酸钾，置于 500 mL 烧杯中，加入 50 mL 水溶解，冷却后转移到 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

##### 7.9.1.3 仪器设备

7.9.1.3.1 银坩埚：具盖。

7.9.1.3.2 高温电炉：温度能控制在  $650\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.9.1.3.3 分光光度计：带有光程为  $1\text{ cm}$  比色皿。

#### 7.9.1.4 试验步骤

##### 7.9.1.4.1 工作曲线的绘制

分别移取  $4.50\text{ mL}$  铬标准溶液B，置于6个  $100\text{ mL}$  容量瓶中，分别移入  $0.00\text{ mL}$ ， $0.50\text{ mL}$ ， $1.00\text{ mL}$ ， $2.00\text{ mL}$ ， $3.00\text{ mL}$ ， $4.00\text{ mL}$  二氧化硅标准溶液，加  $2\text{ mL}$  盐酸溶液（7.9.1.2.3），滴加亚硫酸钠溶液至6价铬全部还原成3价铬，再过量1滴~2滴，加入  $5\text{ mL}$  钼酸铵溶液，静置  $20\text{ min}\sim 30\text{ min}$ ，加入  $20\text{ mL}$  硫酸-草酸溶液，立即加入  $10\text{ mL}$  硫酸亚铁铵溶液，用水稀释至刻度线，摇匀。使用  $1\text{ cm}$  比色皿，于  $810\text{ nm}$  波长处，以水为参比，测定标准系列溶液的吸光度。以二氧化硅的含量为横坐标，对应的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

##### 7.9.1.4.2 试验

移取  $50.00\text{ mL}$  试验溶液A（7.10.1.4.1）、 $25\text{ mL}$  空白试验溶液A（7.10.1.4.2），置于  $100\text{ mL}$  容量瓶中，以下操作按照7.9.1.4.3中从“滴加亚硫酸钠溶液”开始……“用水稀释至刻度线，摇匀。”，使用  $1\text{ cm}$  比色皿，于  $810\text{ nm}$  波长处，测量试验溶液和空白试验溶液的吸光度。从工作曲线上查得二氧化硅的质量。

##### 7.9.1.5 试验数据处理

硅含量以二氧化硅（ $\text{SiO}_2$ ）的质量分数  $w_6$  计，按公式（8）计算：

$$w_6 = \frac{(m_1 - m_0) \times 10^{-3}}{m \times (50/250)} \times 100\% \dots\dots\dots(8)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得的试验溶液中二氧化硅的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m_0$ ——从工作曲线上查得的空白试验溶液中二氧化硅的质量的数值，单位为毫克（mg）；

$m$ ——试料质量的数值，单位为克（g）。

#### 7.9.2 电感耦合等离子体发射光谱法

见7.10。

#### 7.10 铁含量、硅含量的测定

##### 7.10.1 原理

试样用硝酸钾和氢氧化钠熔融，浸取后，使用电感耦合等离子体发射光谱仪，采用工作曲线法测定铁和硅含量。

##### 7.10.2 试剂或材料

7.10.2.1 盐酸溶液：1+2。

7.10.2.2 盐酸溶液：1+4。

7.10.2.3 铬标准溶液 C：  $1\text{ mL}$  溶液含铬（Cr）  $6.0\text{ mg}$ 。

称取8.4870 g预先于120 °C±2 °C干燥至质量恒定的基准重铬酸钾，置于500 mL烧杯中，加入50 mL水，溶解，冷却后转移至500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

7.10.2.4 铁、二氧化硅混合标准溶液：1 mL溶液含铁（Fe）0.010 mg、含二氧化硅（SiO<sub>2</sub>）0.010 mg。

分别用移液管移取10 mL按HG/T 3696.2配制的铁标准贮备溶液和二氧化硅标准贮备溶液，置于1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液现用现配。

7.10.2.5 水，符合 GB/T 6682 中二级水。

### 7.10.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪。

### 7.10.4 试验步骤

#### 7.10.4.1.1 试验溶液 A 的制备

称取约 0.1 g 试样（精确至 0.000 2 g），置于银坩埚中，加入 0.2 g 硝酸钾、1 g 氢氧化钠，盖上盖，置于高温电炉中，于 650 °C±25 °C 熔融 30 min，取出冷却，在 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中加入 100 mL 煮沸的水浸取熔融物，用盐酸溶液洗坩埚，再用热水洗坩埚，加入 20 mL 盐酸溶液，冷却后转移至 250 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此为试验溶液 A，用于铁含量、硅含量的测定。

#### 7.10.4.1.2 空白试验溶液 A 的制备

称取0.8 g硝酸钾、4.0 g氢氧化钠，于650 °C±25 °C熔融10 min，置于250 mL聚四氟乙烯烧杯中加入100 mL水、80 mL盐酸溶液，冷却后转移至500 mL塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

#### 7.10.4.2 工作曲线的绘制

分别移取4.50 mL铬标准溶液C、50.00 mL空白试验溶液A，置于4个100 mL容量瓶中，分别移入0 mL，1.00 mL，2.00 mL，4.00 mL铁标准溶液，加2 mL盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。标准系列溶液中铁的质量浓度分别为0 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.4 mg/L。

分别移取4.50 mL铬标准溶液C、50.00 mL空白试验溶液A，置于4个100 mL容量瓶中，分别移入0 mL，1.00 mL，2.00 mL，4.00 mL二氧化硅混合标准溶液，加2 mL盐酸溶液，用水稀释至刻度，摇匀。标准系列溶液中二氧化硅的质量浓度分别为0 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.4 mg/L。

在仪器最佳的测定条件下，推荐的铁的分析谱线为259.94 nm，硅的分析谱线为212.412 nm，按质量浓度由低至高的顺序测量标准系列溶液的光谱强度，分别以铁、二氧化硅的质量浓度为横坐标，对应的谱线强度为纵坐标绘制工作曲线。

#### 7.10.4.3 试验

在仪器最佳的测定条件下，推荐的铁的分析谱线为182.034 nm，硅的分析谱线为212.412 nm，测量试验溶液A（7.10.1.4.1）的光谱强度，从工作曲线上查得试验溶液中铁、二氧化硅的质量浓度。

### 7.10.5 试验数据处理

待测元素含量以质量分数 $w_i$ 计，按公式（9）计算：



$$w_i = \frac{\rho_i \times 250 \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(9)$$

式中：

$\rho_i$ ——试验溶液中待测元素的质量浓度的数值，单位为微克每毫升（mg/L）；

$m$ ——试样（7.9.1.4.1）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为：优等品不大于 0.003 %，一等品、合格品不大于 0.006 %。

## 7.11 pH（100g/L 悬浮液）的测定

### 7.11.1 试剂或材料

无二氧化碳的水。

### 7.11.2 仪器设备

酸度计：精度为 0.02 pH 单位。配有玻璃电极和饱和甘汞电极（或复合电极）。

### 7.11.3 试验步骤

称取 10.00 g±0.01 g 试样于具塞锥形瓶中，加入 100 mL 无二氧化碳的水，盖上塞子，剧烈振荡 1 min，转移至干燥的 150 mL 烧杯中，静置 5 min，测量悬浮液的 pH。

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。

## 7.12 吸油量的测定

### 7.12.1 试剂或材料

精制亚麻仁油：酸值为 5.0 mg KOH/g～7.0 mg KOH/g。

### 7.12.2 仪器设备

7.12.2.1 平板：磨砂玻璃或大理石，尺寸不小于 300 mm×400 mm。

7.12.2.2 调刀：钢制，锥形刀身，长约 140 mm～150 mm，最宽处为 20 mm～25 mm，最窄处不小于 12.5 mm。

7.12.2.3 滴瓶：60 mL。

### 7.12.3 试验步骤

称取约 10 g 试样（精确至 0.01 g），置于平板上，从已知质量（精确至 0.01 g）的盛有精制亚麻仁油的滴瓶中滴加精制亚麻仁油于试样中，一次加 4 滴～5 滴，每次加完后用调刀压研，使油渗入试料，继续以此速度滴加至油和试料形成团块为止。从此时起，每加 1 滴后需用调刀充分研磨，当形成稠度均匀的膏状物，恰好不裂不碎，又能粘附在平板上时，即为终点。全部操作应在 20 min～25 min 内完成，最后称量滴瓶质量（精确至 0.01 g）。

#### 7.12.4 试验数据处理

吸油量以质量分数  $w_7$  计, 数值 g/100 g 表示, 按公式 (9) 计算:

$$w_7 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (9)$$

式中:

$m_1$ ——消耗精制亚麻仁油的质量的数值, 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 1.0 g/100 g。

#### 7.13 细度的测定

##### 7.13.1 试剂或材料

95%乙醇。

##### 7.13.2 仪器设备

7.13.2.1 试验筛:  $\Phi 70 \times 50$ —0.045/0.032 GB/T 6003.1—2022。

7.13.2.2 中楷羊毛笔。

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

##### 7.13.3 试验步骤

称取约 10 g 试样 (精确至 0.01 g), 置于用 95 %乙醇润湿过并已干燥至质量恒定的筛子中, 用乙醇将试样润湿, 手持筛子上端, 将筛底浸入水中, 用中楷羊毛笔轻轻刷洗, 直至试样无法通过试验筛。用水冲洗试验筛两次, 再用乙醇洗一次, 将试验筛及筛余物置于电热恒温干燥箱中, 于  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥至质量恒定。

##### 7.13.4 试验数据处理

细度以筛余物的质量分数  $w_9$  计, 按公式 (11) 计算:

$$w_9 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中:

$m_1$ ——干燥后筛子和筛余物的质量的数值, 单位为 (g);

$m_2$ ——筛子的质量的数值, 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 0.01 %。

#### 7.14 色光的测定

按 GB/T 1864 的规定进行测定。称样量为 2 g (精确至 0.000 2 g)。加入精制亚麻仁油 0.8 mL ~

1.0 mL。

## 7.15 相对着色力的测定

按 GB/T 5211.19 的规定进行测定。

## 8 检验规则

### 8.1 本文件采用型式检验和出厂检验。

- a) 第 6 章中规定的所有指标项目为型式检验项目，在正常生产情况下，每六个月至少进行一次型式检验。在下列情况之一时，必须进行型式检验：
  - 更新关键生产工艺；
  - 主要原料有变化；
  - 停产又恢复生产；
  - 与上次型式检验有较大差异；
  - 合同规定。
- b) 第 6 章中规定的三氧化二铬含量、水溶性铬含量、水分、水溶物、碳含量、硫含量、pH 值、吸油量、筛余物七项指标项目为出厂检验项目，应逐批检验。

8.2 生产企业用相同材料，基本相同的生产条件，连续生产或同一班组生产的三氧化二铬为一批，每批产品不超过 50 t。

8.3 按 GB/T 6678 中的规定确定采样单元数。采样时，将采样器自袋的中心斜插入至料层深度的 3/4 处采样。将采出的样品混匀，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、类别、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份供检验用，另一份保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。

8.4 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法判定试验结果是否符合本文件。

8.5 检验结果如有指标不符合本文件要求时，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文件要求时，则整批产品为不合格品。

## 9 标志和随行文件

9.1 工业三氧化二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、类别、等级、净含量、批号或生产日期和本文件编号，以及 GB/T 191—2008 中规定的“怕晒”“怕雨”标志。

9.2 每批出厂的工业三氧化二铬都应附有质量证明书。内容包括：生产厂名、厂址、产品名称、类别、等级、净含量、批号或生产日期、产品符合本文件的证明和本文件编号。

## 10 包装、运输、贮存

10.1 工业三氧化二铬采用双层包装。外包装采用塑料编织袋，内包装采用塑料袋，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；外包装袋应牢固缝合。也可采用复膜阀口编织袋。每袋净含量为 25 kg、50 kg、100 kg、1000 kg 或与客户协商确定包装净含量。

10.2 工业三氧化二铬在运输中应有遮盖物，防止日晒、雨淋，包装不得破损。

10.3 工业三氧化二铬应贮存在通风、干燥的库房内。防止日晒、受潮。

---