

ICS 71.060.20

CCS G12



中华人民共和国国家标准

GB/T 1610—XXXX

代替 GB/T 1610-2009

工业铬酸酐

Chromium trioxide for industrial use

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 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 GB/T 1610—2009《工业铬酸酐》，与 GB/T 1610—2009 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了硫酸盐含量（合格品）、浊度（一等品）的指标要求（见 5.2，2009 版的 4.2）；
- 增加了红外吸收法测定硫酸盐含量（见附录 A）；
- 增加了电感耦合等离子体发射光谱法测定硫酸盐含量（见附录 B）；
- 更改了水不溶物含量的试验方法（见 5.2，2009 版的 5.6）。

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：

- 1979 年首次发布为 GB1610—1979，1989 年第一次修订，1999 第二次修订，2009 第三次修订；
- 本次为第四次修订。

工业铬酸酐

警告：按GB 12268—2012第6章的规定，本产品属第5类5.1项氧化性物质、第6类6.1项毒性物质以及第8类腐蚀性物质，操作时应小心谨慎。本文件中所使用的部分试剂具有腐蚀性，如溅到皮肤或眼睛上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了工业铬酸酐的要求、试验方法、检验规则、标志、标签及随行文件、包装、运输、贮存。

本文件适用于工业铬酸酐。

注：该产品主要用于电镀行业，还用作氧化剂、催化剂、木材防腐剂及制备三氧化二铬、氯化铬等铬盐产品和试剂的原料。

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 190 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 12268—2012 危险货物品名表

GB 12463—2009 危险货物运输包装通用技术条件

GB 15603 常用危险化学品贮存通则

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

JT/T 617（所有部分） 危险货物道路运输规则

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：CrO₃
相对分子质量：99.99（按 2022 年国际相对原子质量）

5 要求

- 5.1 外观：紫红色晶体。
- 5.2 工业铬酸酐按照本文件规定的试验方法检测应符合表 1 的规定。

表 1

	本标准修订		
	优等品	一等品	合格品
铬酸酐（CrO ₃ ）（以干基计） w/% ≥	99.8	99.6	99.2
硫酸盐（以 SO ₄ 计） w/% ≤	0.05	0.10	0.15
水不溶物 w/% ≤	0.01	0.02	0.04
钠（Na） w/% ≤	0.04	—	—
浊度/ NTU ≤	5.0	10.0	—

6 试验方法

6.1 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 之规定制备。

6.2 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。

6.3 铬酸酐含量的测定

6.3.1 容量法（仲裁法）

6.3.1.1 方法提要

在酸性介质中，六价铬与二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。

6.3.1.2 试剂或材料

6.3.1.2.1 磷酸。

6.3.1.2.2 硫酸溶液：1+4。

6.3.1.2.3 硫酸亚铁铵标准滴定溶液： $c[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] \approx 0.2 \text{ mol/L}$ 。

- a) 配制：称取约 80 g 硫酸亚铁铵 $[\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 300 mL 硫酸溶液（1+7）中，用水稀释至 1 000 mL，摇匀。该溶液临用前标定。
- b) 标定：称取 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（1+4），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 2 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（ $1/6 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=49.03$ ）；

V ——滴定至终点时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%。

6.3.1.2.4 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。

6.3.1.3 仪器设备

6.3.1.3.1 称量瓶： $\Phi 50 \text{ mm} \times 30 \text{ mm}$ 。

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

6.3.1.4 试验步骤

6.3.1.4.1 试验溶液 A 的制备

于称量瓶中快速称取约 5 g 预先经过研磨，并于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 干燥至质量恒定的试样，精确至 0.0001 g，加水溶解后，移入 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液为试验溶液 A，用于铬酸酐含量、钠含量及硫酸盐（电感耦合等离子体发射光谱法）的测定。

6.3.1.4.2 试验

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 2 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。

6.3.2 电位滴定法

6.3.2.1 方法提要

在酸性介质中，六价铬与二价铁离子发生氧化还原反应，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，以二级微商法确定反应终点，计算铬酸酐含量。

6.3.2.2 试剂或材料

6.3.2.2.1 硫酸溶液：1+1。

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

a) 配制：按照 6.3.1.2.3 a) 的规定配制。

b) 标定：称取 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 的烧杯中，加水至约 400 mL，加入 40 mL 硫酸溶液。插入铂复合电极，并进行搅拌，控制搅拌速度避免溶液溅出。使用自动电位滴定仪，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至终点。

c) 计算：按照 6.3.1.2.3 c) 的规定计算。

6.3.2.3 仪器设备

6.3.2.3.1 铂复合电极。

6.3.2.3.2 自动电位滴定仪。

6.3.2.4 试验步骤

用移液管移取 25 mL 试验溶液 A（见 6.3.1.4.1），置于 500 mL 的烧杯中，加水至约 400 mL，加入 40 mL 硫酸溶液。插入铂复合电极，并进行搅拌，控制搅拌速度避免溶液溅出。使用自动电位滴定仪，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至终点。

6.3.2.5 试验数据处理

铬酸酐含量以铬酸酐（ CrO_3 ）的质量分数 w_1 计，按公式（2）计算：

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

式中：

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 ——铬酸酐（ $1/3\text{CrO}_3$ ）的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=33.33$ ）；

V ——滴定试验溶液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）；

m ——6.3.1.4.1 中试料的质量的数值，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 0.1 %。

6.4 水不溶物的测定

6.4.1 仪器设备

6.4.1.1 微孔滤膜过滤器：微孔滤膜孔径为 0.45 μm。

6.4.1.2 电热恒温干燥箱：温度能控制在 105 °C ± 2 °C。

6.4.2 试验步骤

称取约 50 g 研磨后的试样，精确至 0.01 g，置于 400 mL 烧杯中。加 300 mL 水，盖上表面皿，加热至沸，在沸水浴中保温 60 min。用微孔滤膜过滤器抽滤（微孔滤膜预先于 105 °C ± 2 °C 干燥至质量恒定），用热水洗涤至滤液无色。将微孔滤膜连同水不溶物置于 105 °C ± 2 °C 电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

6.4.3 试验数据处理

水不溶物含量以质量分数 w_2 计，按公式（3）计算：

$$w_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_1 ——干燥后水不溶物和微孔滤膜的质量的数值，单位为克（g）；

m_2 ——微孔滤膜的质量的数值，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 0.001 %。

6.5 硫酸盐含量的测定

6.5.1 重量法（仲裁法）

6.5.1.1 方法提要

在酸性介质中，用乙醇将六价铬还原为三价铬，试样中硫酸盐与加入的氯化钡溶液生成硫酸钡沉淀。将沉淀过滤、洗涤、灼烧、称重后确定硫酸盐含量。

6.5.1.2 试剂或材料

6.5.1.2.1 硫酸。

6.5.1.2.2 95 %乙醇。

6.5.1.2.3 硫酸溶液：1+4。

6.5.1.2.4 盐酸溶液：3+7。

6.5.1.2.5 乙酸溶液：1+1。

6.5.1.2.6 氯化钡溶液：100 g/L，用氯化钡（BaCl₂ · 2H₂O）配制。

6.5.1.2.7 硝酸银溶液：17 g/L。

6.5.1.2.8 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（SO₄）1 mg。

6.5.1.2.9 二苯基碳酰二肼指示液：2 g/L。称取二苯基碳酰二肼 0.1 g，溶于 50 mL 丙酮中，加 1 滴冰乙酸，混匀，贮存于棕色瓶中，于低温下保存。颜色变深后不能使用。

6.5.1.3 仪器设备

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

6.5.1.4 试验步骤

称取约 10 g 研磨后的试样，精确至 0.01 g，置于 500 mL 烧杯中。加入 100 mL 水，搅拌至试样溶解。用移液管加入 10 mL 硫酸盐标准溶液，再加入 100 mL 盐酸溶液，加热至近沸，在搅拌下滴加约 20 mL 95 % 乙醇，于沸水浴中保温 30 min。如还原不完全，再补加 95 % 乙醇至还原完全（取 1 滴试液，加入 1 滴硫酸溶液和 1 滴二苯基碳酰二肼指示液，若出现紫红色则还原不完全）。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。将溶液加热至沸，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浆，充分搅拌约 2 min。盖上表面皿，在水浴中加热 30 min，于水浴中放置 2 h 或室温下放置 8 h 以上。用慢速定量滤纸过滤，沉淀以热水洗涤至滤液无氯离子为止（用硝酸银溶液检验）。

将沉淀连同滤纸置于预先于 $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定的瓷坩埚中，于电炉上干燥、灰化。置于 $700\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧 30 min。取出，冷却后加 1 滴硫酸，润湿沉淀，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。

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。

6.5.1.5 试验数据处理

硫酸盐含量以硫酸根（ SO_4 ）的质量分数 w_3 计，按公式（4）计算：

$$w_3 = \frac{(m_1 - m_0) \times 0.4116}{m} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 ——试验溶液中生成沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

m_0 ——空白试验中生成沉淀的质量的数值，单位为克（g）；

0.411 6——硫酸钡换算为硫酸根（ SO_4 ）的系数；

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 0.005 %。

6.5.2 离子色谱法

6.5.2.1 方法提要

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。试验溶液中的硫酸盐经阴离子色谱柱交换分离，用抑制型电导检测器检测，根据保留时间定性，根据峰高或峰面积定量。

6.5.2.2 试剂和材料

6.5.2.2.1 水合肼溶液：1+10，将 10 mL 水合肼（85 %）加入 100 mL 水中，混匀。

6.5.2.2.2 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐（ SO_4 ）0.1 mg，用移液管移取 10 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。

6.5.2.2.3 水，GB/T 6682—2008，一级水。

6.5.2.2.4 氮气：纯度 $\geq 99.99\%$ 。

6.5.2.3 仪器设备

6.5.2.3.1 离子色谱仪：配备淋洗液泵、阴离子保护柱、阴离子分析柱、电导检测器、数据处理系统。

6.5.2.3.2 电磁搅拌。

6.5.2.3.3 高速离心机：配有离心管。

6.5.2.3.4 水性微孔滤膜：孔径 0.22 μm 。

6.5.2.4 仪器条件

6.5.2.4.1 色谱柱：阴离子分离柱（填料为聚二乙烯基苯/乙基乙烯苯/聚乙烯醇基质，具有烷基季铵 或 烷醇季铵功能团）和阴离子保护柱。峰的分离度不低于 1.5。

6.5.2.4.2 抑制器：阴离子抑制器。

6.5.2.4.3 检测器：电导检测器。

6.5.2.4.4 淋洗液：根据仪器型号及色谱柱使用条件进行配制。

6.5.2.4.5 流速：1.0 mL/min。

6.5.2.4.6 柱温：30 $^{\circ}\text{C}$ 。

6.5.2.4.7 进样体积：25 μL 。

6.5.2.5 试验步骤

6.5.2.5.1 工作曲线的绘制

分别移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 硫酸盐标准溶液置于 6 个 100 mL 容量瓶中，加水至刻度，摇匀。标准溶液的硫酸盐的质量浓度分别为 0 mg/L、0.5 mg/L、1 mg/L、2 mg/L、3 mg/L、4 mg/L，将此系列标准溶液按质量浓度由低至高的顺序依次经过水性微孔滤膜，弃去初始的 10 mL 滤液，注入离子色谱仪，记录峰高或峰面积。以硫酸盐的质量浓度为横坐标，对应的峰高或峰面积为纵坐标绘制工作曲线。

6.5.2.5.2 试验溶液的制备

称取约 1 g 试样，精确至 0.01 g。溶于 10 mL 水中，在电磁搅拌下逐滴加入 20 mL 水合肼溶液，继续搅拌 40 min，全部转移至 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。取适量置于离心管中，高速离心 10 min，上清液为试验溶液。

6.5.2.5.3 试验

用移液管移取 10 mL 试验溶液，置于 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，经过水性微孔滤膜，

弃去初始10 mL滤液，注入离子色谱仪，记录峰高或峰面积。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，其他加入的试剂种类和量与试验溶液的完全相同，并与试料同样处理。

6.5.2.6 试验数据处理

硫酸盐含量以硫酸盐（SO₄）的质量分数 w_3 计，按公式（5）计算：

$$w_3 = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times 50 \times 10^{-6}}{m \times (10/100)} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中：

ρ_1 ——由工作曲线上查得的试验溶液中硫酸盐的质量浓度的数值，单位为毫克/升（mg/L）；

ρ_0 ——由工作曲线上查得的空白试验溶液中硫酸盐的质量浓度的数值，单位为毫克/升（mg/L）；

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 %。

6.5.3 目视比浊法

6.5.3.1 原理

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溶液进行目视比浊测定。

6.5.3.2 试剂或材料

6.5.3.2.1 盐酸溶液：1+1。

6.5.3.2.2 氯化钡（BaCl₂·2H₂O）溶液：100 g/L。

6.5.3.2.3 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。该溶液现用现配。

6.5.3.2.4 不含硫酸盐的铬酸酐溶液：1 mL 溶液含铬酸酐（CrO₃）0.05 g，称取 50.0 g±0.1 g 工业铬酸酐，置于 500 mL 烧杯中，加入 300 mL 水溶解，加热至沸，加入 4 g 氯化钡，保持沸腾 10 min，静置过夜，用玻璃砂坩埚抽滤，滤液移入 1000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。

6.5.3.3 仪器设备

玻璃砂坩埚：孔径 5 μm～15 μm。

6.5.3.4 试验步骤

6.5.3.4.1 测定

称取 12.50 g±0.01 g 试样，置于 250 mL 烧杯中，加 100 mL 水溶解。加热至沸后，再煮沸 10 min，取出冷至室温。转移至 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。用慢速定性滤纸干过滤，弃去初始 50 mL 滤液，用移液管移取一定体积滤液（优等品 5.00 mL、一等品和合格品 2.00 mL），置于 50 mL 的比色管中，加入 5 mL 盐酸溶液、5 mL 氯化钡溶液，摇匀。用水稀释至刻度，摇匀。在 30 ℃～40 ℃

水浴中放置 30 min。其浊度不大于硫酸盐标准比浊溶液。

6.5.3.4.2 硫酸盐标准比浊溶液的制备

分别用移液管加入 5 mL 不含硫酸根的铬酸酐溶液于三只 50 mL 比色管中，分别向比色管中移入 2.50 mL（优等品）、2.00 mL（一等品）、3.00 mL（合格品）硫酸盐标准溶液，以下同 6.5.3.4.1 中“加入 5 mL 盐酸溶液……水浴中放置 30 min。”。

注：红外吸收法测定硫酸盐见附录 A，电感耦合等离子体发射光谱法测定硫酸盐见附录 B。

6.6 钠含量的测定

6.6.1 方法提要

将试样溶解，使用火焰原子吸收分光光度计，于 589.0 nm 波长下，采用标准加入法测定试样中钠含量。

6.6.2 试剂或材料

6.6.2.1 硝酸溶液：1+1。

6.6.2.2 钠标准贮备溶液：1 mL 溶液含钠（Na）0.10 mg。用移液管移取 10 mL 按 HG/T 3696.2 配制的钠标准溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

6.6.2.3 钠标准溶液：1 mL 溶液含钠（Na）0.01 mg。用移液管移取 10 mL 钠标准贮备溶液，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液临用前配制。

6.6.2.4 水，GB/T 6682—2008，二级水。

6.6.3 仪器设备

火焰原子吸收分光光度计：配有钠空心阴极灯。

6.6.4 试验步骤

分别用移液管移取 5 mL 试验溶液 A（见 6.3.1.4.1）于 6 个 100 mL 容量瓶中，在各容量瓶中分别移入 0 mL、2.00 mL、3.00 mL 4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 钠标准溶液，加入 2 mL 硝酸溶液，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 589.0 nm 处，使用空气-乙炔火焰，用水调零，测定其吸光度。

以试验溶液中加入的钠标准溶液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，曲线反向延长与横坐标相交处，即为试验溶液中钠的质量浓度。

6.6.5 试验数据处理

钠含量以钠（Na）的质量分数 w_6 计，按公式（9）计算：

$$w_6 = \frac{\rho \times 100 \times 10^{-6}}{m \times (5/500)} \times 100\% \dots\dots\dots (9)$$

式中：

ρ ——由工作曲线上查得的试验溶液中钠的质量浓度的数值，单位为毫克每升（mg/L）；

m ——6.3.1.4.1 中试料的质量的数值，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 0.002 %、一等品和合格品不大于 0.005 %。

6.7 浊度的测定

6.7.1 方法提要

将试样溶解，用散射光原理的浊度仪测定浊度。

6.7.2 试剂或材料

6.7.2.1 标准浊度贮备液 I：400 NTU，称取 $10.00\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 六次甲基四胺，用水溶解，稀释至 100 mL，此为溶液 A。称取 $1.000\text{ g} \pm 0.001\text{ g}$ 硫酸联氨，用水溶解，稀释至 100 mL，此为溶液 B。用移液管移取 5 mL 溶液 A 和 5 mL 溶液 B，置于 100 mL 容量瓶，混匀，在 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下放置 24 h，然后用水稀释至 100 mL。该溶液在 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 阴暗处贮存，使用期为四周。

6.7.2.2 标准浊度贮备液 II：100 NTU，用移液管移取 25 mL 标准浊度贮备液 I 于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液在 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ 阴暗处贮存，使用期为四周。

6.7.2.3 标准浊度溶液 I：10 NTU。用移液管移取 50 mL 标准浊度贮备液 II 于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。使用期为一周。

6.7.2.4 标准浊度溶液 II：5 NTU。用移液管移取 25 mL 标准浊度贮备液 II 于 500 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。使用期为一周。

6.7.2.5 水，GB/T 6682—2008，二级水。

6.7.3 仪器设备

浊度仪。

6.7.4 分析步骤

6.7.4.1 试验溶液的制备

称取 $30.0\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 试样，置于 250 mL 干燥的碘量瓶中，用移液管加入 50 mL 水，摇动至试样溶解完全。称取 $3.30\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 试验溶液于干燥的 150 mL 烧杯中，加 $96.7\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 水，混匀。于 10 min 之内进行测定。

6.7.4.2 试验

用标准浊度溶液 II（优等品）或标准浊度溶液 I（一等品）校正浊度仪。将试验溶液摇匀后置于样品池，在浊度仪上测定浊度，同时用水做空白。

6.7.4.3 试验数据处理

结果为：实测值减去空白值。

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 0.5。

7 检验规则

- 7.1 本文件要求中的所有指标项目均为出厂检验项目，应逐批检验。
- 7.2 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同一等级的工业铬酸酐为一批。每批产品不超过 50 t。
- 7.3 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袋的中心斜插入料层深度的 3/4 处采样。将所采样品混匀，用四分法缩分至不少于 500 g，立即将样品装入两个清洁干燥带磨口塞的容器中，密封，并粘贴标签，注明：生产厂名、产品名称、等级、批号、采样日期和采样者姓名。一份用于检验，另一份保存备查，保存时间由生产厂根据实际情况确定。
- 7.4 采用 GB/T 8170 规定的修约值比较法对检验结果进行判定，所有检验结果符合本文件要求时，则该批产品合格。
- 7.5 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检，复检结果有一项指标不符合本文件要求时，则该批产品为不合格。

8 标志、标签及随行文件

- 8.1 工业铬酸酐包装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）、保质期、本文件编号以及 GB 190 规定的“氧化性物质”“毒性物质”“腐蚀性物质”标志，GB/T 191—2008 中第 2 章规定的“怕晒”“怕雨”标志。
- 8.2 每批出厂的工业铬酸酐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）、保质期、产品质量符合本文件的证明和本文件编号。

9 包装、运输、贮存

- 9.1 包装采用 GB 325—2000 中的全开口钢桶中的直开口钢桶包装，其规格尺寸符合 GB 325—2000 中表 3 规定，钢桶厚度符合 GB 325—2000 中轻型桶的规定。每桶净含量为 25 kg、50 kg、100kg。用户对包装规格有特殊要求时，可供需协商。其包装类别应符合 GB12268—2012 中表 1 的要求，包装质量应符合 GB 12463—2009 中规定的Ⅱ类包装性能试验，包装件限制质量应符合 GB 12463—2009 中附录 A 的要求。
- 9.2 工业铬酸酐的运输应符合 JT/T 617、《铁路危险货物运输安全监督管理规定》、《国际海运危险货物规则》中相应部分的规定。运输过程中应有遮盖物，防止曝晒和雨淋，防止猛烈撞击。运输车辆装卸前后均应彻底清扫、洗净。装卸时要轻拿轻放，防止摩擦，严禁撞击。
- 9.3 工业铬酸酐应贮存于通风、干燥的库房内。应防止雨淋、受潮。禁止与易（可）燃物、遇湿易燃物品、有机物、还原性物质、自燃物品、活性金属粉末等禁忌物同时贮存。还应符合 GB 15603 的规定。
- 9.4 工业铬酸酐在符合本标准规定的包装、运输、贮存条件下，自生产之日起保质期不少于 18 个月。

附录 A

（资料性）

红外吸收法测定硫酸盐

A.1 原理

试样在高频感应炉的氧气流中加热燃烧，生成的二氧化硫由氧气载至红外线分析器的测量室，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总硫含量。

A.2 试剂或材料

A.2.1 助熔剂纯铁：纯度 $\geq 99.8\%$ ，硫量 $\leq 0.001\%$ ，粒度 $\leq 1.25\text{ mm}$ 。

A.2.2 助熔剂钨粒：硫量 $\leq 0.0005\%$ 。

A.2.3 氧气：纯度 $\geq 99.5\%$ 。

A.3 仪器设备

A.3.1 高频红外碳硫分析仪：灵敏度为 0.01×10^{-6} 。

A.3.2 瓷坩埚：23 mm \times 23 mm 或 25 mm \times 25 mm，并在高于 900 °C 的高温炉中灼烧 1 h。

A.3.3 坩埚钳。

A.4 试验步骤

A.4.1 参比样品

使用按照 6.5.1 的规定测定硫酸盐含量的铬酸酐样品为参比样品。参比样品的硫酸盐含量应与待测试样硫含量接近。

A.4.2 空白试验

称取 $0.30\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 助熔剂纯铁和 1.3 g 助熔剂钨粒，置于瓷坩埚内，用坩埚钳将坩埚置于炉台坩埚座上，进行测定，重复足够次数，记录比较稳定一致的三次读数，计算平均值并输入仪器中，仪器在测量试样时会进行空白值的电子补偿。

A.4.3 校正试验

根据待测试料的含硫量，用参比样品进行校正。校正后测定参比样品，测定结果与参比样品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，重新测定空白值并校正。

A.4.4 试验

在坩埚中预先加入 $0.30\text{ g} \pm 0.01\text{ g}$ 助熔剂纯铁，铺平，称取约 0.025 g 研细并干燥过的试样，精确至 0.0002 g ，置于瓷坩埚内，选择仪器的最佳测定条件，在仪器上输入试样质量，一次均匀覆盖 1.3 g 助熔剂钨粒。用坩埚钳将坩埚置于炉台坩埚座上，进行测定，在仪器上读取硫含量 w_5' 。

A.5 试验数据处理

硫酸盐含量以硫酸根 (SO_4) 质量分数 w_3 计，按公式 (A.1) 计算：

$$w_3 = w_3' \times 2.996 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

w_3' ——从仪器上读取的硫含量；

2.996——将硫换算成硫酸根（ SO_4 ）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 0.005 %。

附录 B (资料性)

电感耦合等离子体发射光谱法测定硫酸盐

B.1 原理

试样经酸溶解后，注入电感耦合等离子体发射光谱仪，由载气带入雾化系统进行雾化后，以气溶胶形式进入等离子体，在高温和惰性气体中被充分蒸发、原子化、电离和激发，发射出硫元素的特征谱线，根据硫酸根浓度与硫元素特征谱线强度的正比关系，采用工作曲线法对硫酸根进行定量分析。

B.2 试剂或材料

B.2.1 盐酸溶液：1+99。

B.2.2 硫酸盐标准溶液：1 mL 溶液含硫酸盐(以 SO_4 计)0.10 mg，用移液管移取 25 mL 按 HG/T 3696.2 配制的硫酸盐标准贮备溶液，或者采用经国家认证并授予标准物质证书的硫酸盐标准贮备溶液，置于 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液使用前配制。

B.2.3 水，GB/T 6682—2008，二级水。

B.3 仪器设备

电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES)。

B.4 试验步骤

B.4.1 工作曲线的绘制

在 6 个 100 mL 容量瓶中分别移入 0 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 的硫酸盐标准溶液，硫酸盐的质量浓度分别为 0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、15.0 mg/L、20.0 mg/L。用盐酸溶液稀释至刻度，摇匀。在仪器最佳的测定条件下，推荐的分析谱线为 182.034 nm，按质量浓度由低至高的顺序对标准系列溶液进行测定，仪器根据硫酸盐质量浓度和谱线强度绘制工作曲线。

B.4.2 试验

称取约 2.5 g 研细的试样，精确至 0.0002 g，置于 50 mL 烧杯中，加硝酸溶液溶解，转移至 250 mL 容量瓶中，用盐酸溶液稀释至刻度，摇匀。在仪器最佳的测定条件下对试验溶液进行测定，由仪器自动计算出试验溶液中硫酸盐的质量浓度。

B.4.3 试验数据处理

硫酸盐含量以硫酸根 (SO_4) 的质量分数 w_3 计，数值以 mg/kg 表示，按公式 (B.1) 计算：

$$w_3 = \frac{\rho \times 0.25}{m \times 10^{-3}} \dots \dots \dots (B.1)$$

式中：

ρ ——试验溶液中硫酸盐质量浓度的数值，单位为毫克每升 (mg/L)；

m ——试样质量的数值，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 10 mg/kg。