

ICS 71.060.99
G 14
备案号: 50881—2015

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4837—2015

烟 酸 铬

Chromium nicotinate

2015-07-29 发布

2016-01-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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技术委员会 (SAC/TC63/SC1) 归口。

本标准起草单位：中海油天津化工研究设计院、四川省危险化学品质量监督检验所、四川省银河化学股份有限公司、国家无机盐产品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：李霞、李肖锋、李先荣、范德平、董明甫、谢友才、王芳、杜毅鹏。

烟 酸 铬

1 范围

本标准规定了烟酸铬的要求，试验方法，检验规则，标志、标签，包装、运输和贮存。
本标准适用于烟酸铬。

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/T 191—2008 包装储运图示标志

GB/T 6003.1—2012 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

GB/T 13079—2006 饲料中总砷的测定

GB/T 13080—2004 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法

HG/T 3696.1 无机化工产品 化学分析用标准溶液、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 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、试剂及制品的制备 第3部分：试剂及制品的制备

3 分子式和相对分子质量

分子式： $C_{18}H_{12}CrN_3O_6$

相对分子质量：418.26（按2013年国际相对原子质量）

4 要求

4.1 外观：浅灰色粉末。

4.2 烟酸铬按照本标准规定的试验方法检测，应符合表1的技术要求。

表 1 技术要求

项 目	指 标
烟酸($C_6H_5NO_2$)(以干基计) $w/\%$	84.0~88.5
铬(Cr)(以干基计) $w/\%$	12.3~13.0
铅(Pb)/(mg/kg) $\leq$	10
砷(As)/(mg/kg) $\leq$	5
6 价铬(Cr)/(mg/kg) $\leq$	10
筛余物(0.25 mm 试验筛) $w/\%$ $\leq$	3.0
干燥减量 $w/\%$ $\leq$	5.0

5 试验方法

警告：本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性，操作时须小心谨慎！如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。

5.1 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 规定的三级水。试验中所用标准滴定溶液、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。

5.2 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。

5.3 鉴别试验

将样品研磨均匀，采用溴化钾压片法压片后进行红外光谱分析，测定其吸收峰，与谱图库中烟酸铬对照判定，或与附录 A 中图 A.1 对照判定。

5.4 烟酸含量的测定

5.4.1 方法提要

用草酸溶解试样，沉淀分离铬后，将试验溶液注入高效液相色谱仪，在选定的工作条件下通过紫外吸收检测器检测，用标准曲线法定量。

5.4.2 试剂

5.4.2.1 烟酸标准样品（纯度 $\geq 99.9\%$ ）。

5.4.2.2 草酸。

5.4.2.3 乙二胺四乙酸二钠溶液：8 g/L。

5.4.2.4 氢氧化钠溶液：240 g/L。

5.4.2.5 三氟乙酸溶液：1+999。

移取 1.0 mL 三氟乙酸（色谱纯），置于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，膜过滤，脱气。

5.4.2.6 水：GB/T 6682—2008，一级。

5.4.3 仪器

5.4.3.1 高效液相色谱仪。

5.4.3.2 超声波分散仪。

5.4.3.3 微孔滤膜：孔径 0.22 μm 。

5.4.4 高效液相色谱仪参考条件

5.4.4.1 流动相：三氟乙酸溶液。

5.4.4.2 色谱柱: C_{18} 柱, $\Phi 4.6 \text{ mm} \times 250 \text{ mm}$, $5 \mu\text{m}$ 。

5.4.4.3 流速: 1.0 mL/min 。

5.4.4.4 柱温: 30°C 。

5.4.4.5 紫外检测器: 检测波长 261 nm 。

5.4.4.6 进样体积: $10 \mu\text{L}$ 。

5.4.5 分析步骤

5.4.5.1 工作曲线的绘制

称取 0.100 g 烟酸标准样品, 精确至 0.0002 g 。置于 150 mL 烧杯中, 加入 80 mL 水, 超声振荡 10 min 使试样溶解。冷却至室温, 转移至 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。分别移取 2.00 mL 、 3.00 mL 、 4.00 mL 、 5.00 mL 、 6.00 mL , 置于 5 个 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此标准系列溶液的浓度分别为 40 mg/L 、 60 mg/L 、 80 mg/L 、 100 mg/L 、 120 mg/L 。将仪器调至最佳状态, 将烟酸标准系列溶液过微孔滤膜后依次注入高效液相色谱仪进行测定。以烟酸标准系列溶液的浓度为横坐标、对应的峰面积为纵坐标, 绘制工作曲线。

5.4.5.2 测定

称取约 0.1 g 预先于 $105^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥至质量恒定的试样, 精确至 0.0002 g 。置于 50 mL 烧杯中, 加入 0.5 g 草酸, 再加入 5 mL 水, 于沸水浴中加热至溶液澄清。冷却后转移至 100 mL 容量瓶中, 加入 20 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液, 摇匀, 再加入 2 mL 氢氧化钠溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。静置 30 min 后过滤, 弃去初始 10 mL 滤液。用移液管移取 5 mL 滤液, 置于 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。将试验溶液过微孔滤膜后注入高效液相色谱仪进行测定。记录试验溶液烟酸峰面积。根据峰面积从工作曲线上查得试验溶液中烟酸的浓度。

5.4.6 结果计算

烟酸含量以烟酸 ($\text{C}_6\text{H}_5\text{NO}_2$) 的质量分数 w_1 计, 按公式 (1) 计算:

$$w_1 = \frac{\rho \times 50 \times 10^{-6}}{m \times (5/100)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查得的试验溶液中烟酸的浓度的数值, 单位为毫克每升 (mg/L);

m ——试样的质量的数值, 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 0.3% 。

5.5 铬含量的测定

5.5.1 方法提要

试样溶解后, 用过硫酸铵将试样中的 3 价铬氧化成 6 价铬, 在酸性介质中 6 价铬与 2 价铁发生氧化还原反应, 以 N -苯基邻氨基苯甲酸指示液为指示剂, 用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液变为绿色为终点。

5.5.2 试剂

5.5.2.1 硫磷混合酸 ($\text{H}_2\text{SO}_4 + \text{H}_3\text{PO}_4 + \text{H}_2\text{O}$): $3+1+6$ 。

5.5.2.2 过硫酸铵溶液: 250 g/L 。

此溶液保质期为 3 天。

5.5.2.3 硝酸银溶液: 25 g/L 。

贮存于棕色试剂瓶中, 避光保存。

5.5.2.4 硫酸亚铁铵标准滴定溶液: $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2] \approx 0.1 \text{ mol/L}$ 。

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

5.5.3 分析步骤

称取约 0.4 g 预先于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的试样, 精确至 0.000 2 g。置于 250 mL 锥形瓶中, 加入 20 mL 硫磷混合酸, 加热至试样溶解。冷却后加入 5 mL 硝酸银溶液、30 mL 过硫酸铵溶液, 加水至约 100 mL, 摇匀。加热煮沸至小泡转大泡 (破坏过量的氧化剂), 继续煮沸 10 min。取下, 冷却。加水至约 100 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为终点。

5.5.4 结果计算

铬含量以铬 (Cr) 的质量分数 w_2 计, 按公式 (2) 计算:

$$w_2 = \frac{VcM/1\,000}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

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);

c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度的准确数值, 单位为摩尔每升 (mol/L);

m ——试样的质量的数值, 单位为克 (g);

M ——铬 ($\frac{1}{3}\text{Cr}$) 的摩尔质量的数值, 单位为克每摩尔 (g/mol) ($M=17.33$)。

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 %。

5.6 铅含量的测定

称取约 5 g 试样, 精确至 0.01 g。置于 100 mL 烧杯中, 加水润湿试样。加入 2 mL 盐酸至试样溶解, 转移至 50 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。同时制备试验空白溶液。以下按照 GB/T 13080—2004 的规定, 从 7.2 开始进行测定及计算。

5.7 砷含量的测定

按照 GB/T 13079—2006 第 5 章或第 6 章或第 7 章中的盐酸溶样法制备试验溶液, 并进行测定及计算。

5.8 6 价格的测定

5.8.1 方法提要

试样加水后, 过滤分离 6 价格于滤液中。在酸性介质中 6 价格与二苯碳酰二肼生成紫红色络合物, 采用分光光度法于最大吸收波长 540 nm 处进行测定。

5.8.2 试剂

5.8.2.1 硫酸溶液: 1+1。

5.8.2.2 盐酸溶液: 1+1。

5.8.2.3 二苯碳酰二肼溶液: 2 g/L。

称取二苯碳酰二肼 0.5 g, 溶于 50 mL 丙酮中, 加入 1 滴冰乙酸, 摇匀。置于棕色瓶中, 于低温下保存。颜色变棕色则不能使用。

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

用移液管移取 2.5 mL 按 HG/T 3696.2 配制的铬标准贮备溶液, 置于 500 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液使用前配制。

5.8.3 仪器、设备

分光光度计: 配有 3 cm 光程比色皿。

5.8.4 分析步骤

5.8.4.1 工作曲线的绘制

分别移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铬标准溶液, 置于 5 只 100 mL 容量瓶中, 分别加水至约 80 mL。加入 2 mL 硫酸溶液、1 mL 盐酸溶液, 摇匀。加入 1.00 mL 二苯碳酰二肼溶液, 用水稀释至刻度, 摇匀。放置 20 min。在分光光度计上, 用 3 cm 比色皿, 于 540 nm 波

长处,以水调零,分别测量标准溶液的吸光度。以铬的质量(mg)为横坐标、对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.8.4.2 测定

称取约1.5 g试样,精确至0.01 g。置于300 mL烧杯中,加入60 mL水,搅拌后用快速定性滤纸过滤并洗涤。滤液收集于100 mL容量瓶中,加入2 mL硫酸溶液、1 mL盐酸溶液、1.00 mL二苯碳酰二肼溶液,用水稀释至刻度,摇匀。放置20 min。在分光光度计上,用3 cm比色皿,于540 nm波长处,以水调零,测量其吸光度。从工作曲线上查得试验溶液和空白试验溶液中铬的质量。

5.8.5 结果计算

6 价格含量以铬(Cr)的质量分数 w_3 计,数值以mg/kg表示,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{m_1}{m/1\,000} \quad \dots\dots\dots (3)$$

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 ——试样的质量的数值,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 mg/kg。

5.9 筛余物的测定

5.9.1 方法提要

将试样用水分散后,倒入筛中进行筛分,用水冲洗筛上物,然后将筛上物干燥后称量。

5.9.2 仪器

5.9.2.1 玻璃砂坩埚:孔径 $5\,\mu\text{m}\sim 15\,\mu\text{m}$ 。

5.9.2.2 试验筛: $\Phi 200\times 50-0.25/0.16$ GB/T 6003.1—2012。

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

5.9.3 分析步骤

称取约10 g试样,精确至0.001 g。置于250 mL烧杯中,加入约150 mL水,用玻璃棒搅拌2 min~3 min后倒入筛中,将烧杯中的剩余物用水全部冲至筛中,再用水流冲洗筛上剩余物,直至洗液澄清为止。将剩余物洗至预先于 $105\,^{\circ}\text{C}\pm 2\,^{\circ}\text{C}$ 烘干至质量恒定的玻璃砂坩埚中,抽滤,然后置于 $105\,^{\circ}\text{C}\pm 2\,^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

5.9.4 结果计算

筛余物以质量分数 w_4 计,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

m_1 ——筛余物的质量的数值,单位为克(g);

m ——试样的质量的数值,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%。

5.10 干燥减量的测定

5.10.1 仪器、设备

5.10.1.1 称量瓶: $\Phi 60\,\text{mm}\times 30\,\text{mm}$ 。

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

5.10.2 分析步骤

称取约5 g试样,精确至0.000 2 g。置于预先于 $105\,^{\circ}\text{C}\pm 2\,^{\circ}\text{C}$ 下干燥至质量恒定的称量瓶中,轻轻摇动称量瓶使样品均匀地平铺在称量瓶中,将称量瓶置于 $105\,^{\circ}\text{C}\pm 2\,^{\circ}\text{C}$ 的电热恒温干燥箱中干燥至质量恒定。

5.10.3 结果计算

干燥减量以质量分数 w_5 计,按公式 (5) 计算:

$$w_5 = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

m ——干燥前试样的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——干燥后试样的质量的数值,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 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 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烟酸铬为一批。每批产品不超过500 kg。

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袋的上方斜插入料层深度的3/4处采样。将所采样品混匀,用四分法缩分至不少于100 g。立即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、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。

6.4 检验结果如果有指标不符合本标准要求,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本标准。

7 标志、标签

7.1 烟酸铬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、净含量、批号(或生产日期)、保质期、本标准编号以及 GB/T 191—2008 规定的“怕晒”和“怕雨”标志。

7.2 每批出厂的烟酸铬都应附有质量证明书,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、净含量、批号(或生产日期)、保质期和本标准编号。

8 包装、运输和贮存

8.1 烟酸铬采用双层包装。内包装采用双层聚乙烯塑料薄膜袋,内袋包装时将空气排净后袋口热合封口,或用与其相当的方式封口,应严密不漏;外包装采用复合塑料编织袋或包装桶,外包装袋应牢固缝合,无漏缝和跳线,外包装桶应完全密封。每袋(桶)净含量为1 kg。或与客户协商确定包装方式和净含量。

8.2 烟酸铬在运输过程中应有遮盖物,防止日晒、雨淋,包装不应破损。

8.3 烟酸铬应贮存在阴凉、通风、干燥的库房内,防止日晒、雨淋。

8.4 烟酸铬在符合本标准规定的包装、运输和贮存条件下,自生产之日起保质期不少于6个月。

附录 A
(资料性附录)
烟酸铬标准红外光谱图

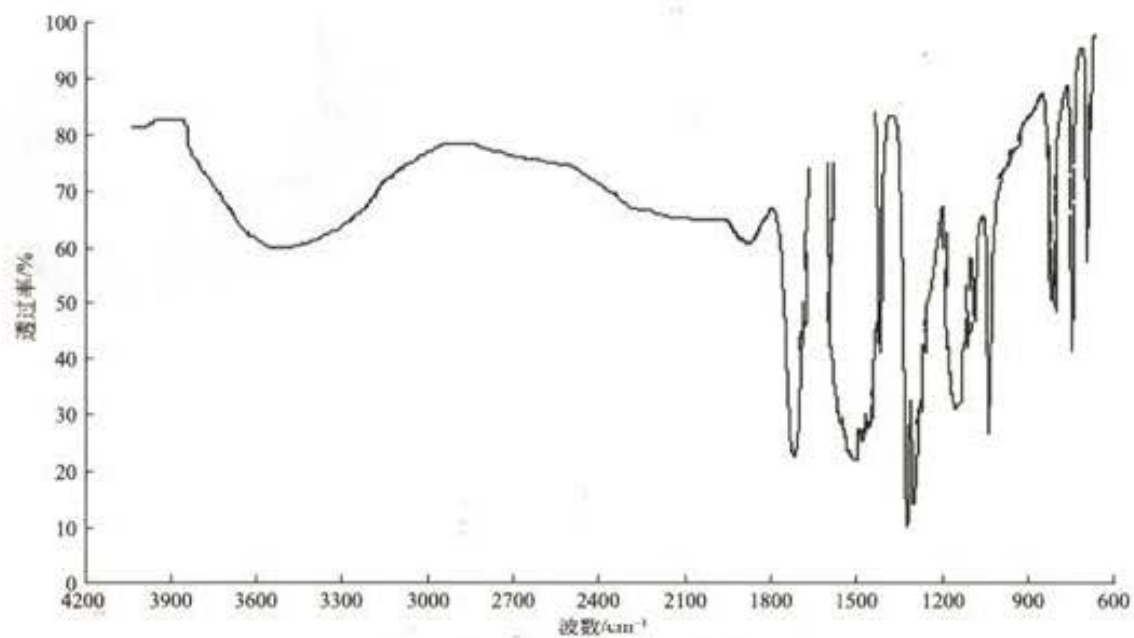


图 A.1 烟酸铬标准红外光谱图

中华人民共和国

化工行业标准

烟 酸 铬

HG/T 4837—2015

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011）

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张1 字数18.9千字

2015年11月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2079

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：14.00 元

版权所有 违者必究