



中华人民共和国国家标准

GB/T 19940—2005

粉状铬鞣剂 六价铬离子测定方法

Chrome powder—Determination of chromium(VI)

2005-09-26 发布

2006-04-01 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

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国皮革工业标准化技术委员会(SAC/TC 252)归口。

本标准起草单位:浙江兄弟化工有限公司、中国皮革和制鞋工业研究院。

本标准主要起草人:黄茹程、周中平、艾卫清、赵立国。

引 言

本标准采用国际通用的分光光度法测定粉状铬鞣剂中的六价铬离子含量。

有关试验条件说明如下：

- a) 参考铬鞣时的水温,本标准规定用 (40 ± 1) ℃的蒸馏水溶解试样,与实际操作状况相似;
- b) 试验时,1,5-二苯卡巴肼乙醇溶液应保持有效,以避免影响试验结果;
- c) 标准曲线、实测结果会随着分光光度计和比色皿厚度的变化而变化,在试验中,标准曲线的制作、实测过程应使用相同的分光光度计、比色皿。试验中,2 cm 厚的比色皿是最合适的;在适宜的条件下,也可以使用其他厚度的比色皿,但应在试验报告中说明。

粉状铬鞣剂 六价铬离子测定方法

1 范围

本标准规定了粉状铬鞣剂中六价铬离子含量的测定方法。

本标准适用于以重铬酸钠为原料,用硫酸等酸化,葡萄糖或二氧化硫(SO₂)等还原,或再配入助剂而制成的适用于制革主鞣或复鞣用的粉状铬鞣剂。

2 原理

试样中的六价铬离子[Cr(VI)]在酸性条件下与二苯卡巴肼(DPC)反应,生成紫红色络合物,然后与对甲苯磺酸根离子形成分子量更大的配合物,用异戊醇萃取其中的配合物,若有机相呈紫红色,说明有六价铬离子存在,用分光光度法测定,标准曲线法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水。

3.1 重铬酸钾(K₂Cr₂O₇),在(102±2)℃下干燥(16±1) h。

3.2 异戊醇。

3.3 对甲基苯磺酸,50 g/L。

3.4 硫酸,10%。

3.5 1,5-二苯卡巴肼溶液:称取 1,5-二苯卡巴肼 0.1 g,溶解在 50 mL 乙醇中,加入 200 mL 硫酸(3.4)。

注:已配好的 1,5-二苯卡巴肼溶液应保存在棕色瓶中,在 2℃~8℃时遮光存放,有效期 14 d。溶液出现明显变色时(特别是粉红色)则不能再使用。

3.6 铬标准储备液:将 2.829 g 重铬酸钾(K₂Cr₂O₇) (3.1)溶于 1 000 mL 蒸馏水中,每 1 mL 该溶液中含有 1 mg 铬。

3.7 铬标准溶液:将 1 mL 铬标准储备液(3.6)用蒸馏水稀释至 1 000 mL,每 1 mL 该溶液中含有 1 μg 铬。

4 装置

4.1 天平,感量 0.001 g。

4.2 容量瓶,50 mL、100 mL、1 000 mL。

4.3 移液管,1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL。

4.4 分液漏斗,100 mL。

4.5 分光光度计,波长 540 nm。

4.6 石英或玻璃比色皿,厚度为 2 cm(或 3 cm)。

5 程序

5.1 操作步骤

准确称取试样 2 g,精确至 0.001 g,用(40±1)℃的蒸馏水溶解后转入 100 mL 容量瓶中,定容待测。用移液管吸取 10 mL 溶液,加入到 50 mL 容量瓶中,加入 10 mL 蒸馏水,加入 2 mL 硫酸(3.4),摇匀后加入 1,5-二苯卡巴肼乙醇溶液(3.5)1 mL,振摇 2 min,静置显色 3 min,加入 4 mL 对甲基苯磺酸