



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.18—2020  
代替 GB/T 20975.18—2008

---

## 铝及铝合金化学分析方法 第 18 部分：铬含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys—  
Part 18: Determination of chromium content

2020-06-02 发布

2021-04-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 37 个部分：

- 第 1 部分：汞含量的测定；
- 第 2 部分：砷含量的测定；
- 第 3 部分：铜含量的测定；
- 第 4 部分：铁含量的测定；
- 第 5 部分：硅含量的测定；
- 第 6 部分：镉含量的测定；
- 第 7 部分：锰含量的测定；
- 第 8 部分：锌含量的测定；
- 第 9 部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 10 部分：锡含量的测定；
- 第 11 部分：铅含量的测定；
- 第 12 部分：钛含量的测定；
- 第 13 部分：钒含量的测定；
- 第 14 部分：镍含量的测定；
- 第 15 部分：硼含量的测定；
- 第 16 部分：镁含量的测定；
- 第 17 部分：锶含量的测定；
- 第 18 部分：铬含量的测定；
- 第 19 部分：锆含量的测定；
- 第 20 部分：镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法；
- 第 21 部分：钙含量的测定；
- 第 22 部分：铍含量的测定；
- 第 23 部分：铈含量的测定；
- 第 24 部分：稀土总含量的测定；
- 第 25 部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 26 部分：碳含量的测定 红外吸收法；
- 第 27 部分：铈、镧、钪含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 28 部分：钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 29 部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 30 部分：氢含量的测定 加热提取热导法；
- 第 31 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 32 部分：铋含量的测定；
- 第 33 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 34 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 35 部分：钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 36 部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 37 部分：铌含量的测定。



本部分为 GB/T 20975 的第 18 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 20975.18—2008《铝及铝合金化学分析方法 第 18 部分：铬含量的测定》。与 GB/T 20975.18—2008 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 增加了标准使用安全警示；
- 增加了“规范性引用文件”（见第 2 章）；
- 增加了“术语和定义”（见第 3 章）；
- 增加了分析使用试剂和水的要求（见 4.2、5.2、6.2、7.2）；
- 修改了“萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法”的试剂，删除贮存于冰箱中（见 4.2.6 和 4.2.7，2008 年版的 3.6 和 3.7）；
- 修改了“萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法”的试剂，“4-甲基-戊酮-2”修改为“4-甲基-2-戊酮”，删除了提纯和冷却使用（见 4.2.8，2008 年版的 3.10）；
- 修改了“萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法”的试剂，“二苯基碳酰二肼丙酮溶液”修改为“二苯基碳酰二肼乙醇溶液”（见 4.2.12，2008 年版的 3.11）；
- 修改了“萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法”的试剂，删除铝基体溶液（见 2008 年版的 3.13）；
- 修改了“萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法”的试剂，删除配制铬标准贮存溶液时的提纯过程（见 4.2.13，2008 年版的 3.14）；
- 修改了“萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法”的测定，由“并先用流水冷却，然后放在冰浴中，至温度为 5℃～10℃”修改为“冷却至室温”，删除注中相应内容（见 4.6.2，2008 年版的 6.4.2）；
- 修改了“萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法”和“火焰原子吸收光谱法”的精密度，由“允许差”修改为“再现性”（见 4.9.2 和 5.9.2，2008 年版的 8.2 和 17.2）；
- 增加了过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定法（见第 6 章）；
- 增加了水浸取-二苯基碳酰二肼分光光度法测定铝及铝合金中六价铬（见第 7 章）；
- 删除了“质量保证与控制”（见 2018 年版第 9 章和第 18 章）；
- 增加了“试验报告”（见第 8 章）。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位：广东省工业分析检测中心、中铝郑州有色金属研究院有限公司、有色金属技术经济研究院、东北轻合金有限责任公司、长沙矿冶研究院有限责任公司、贵州省分析测试研究院、昆明冶金研究院、北矿检测技术有限公司、河北四通新型金属材料股份有限公司、山东兖矿轻合金有限公司、国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心、中铝矿业有限公司、中铝材料应用研究院有限公司、北京有色金属与稀土应用研究所。

本部分主要起草人：张永进、谢辉、张元克、徐思婷、席欢、熊晓燕、石磊、周兵、王芳、张天姣、马艳红、许彬、龙安禄、刘维理、易嘉、罗海霞、薛宁、韦艳琴、韩正乾、刘贝贝、郝跃鹏、张娟、刘飞、张金娥、王雪。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6987.18—1986、GB/T 6987.18—2001；
- GB/T 6987.30—2001；
- GB/T 20975.18—2008。

## 铝及铝合金化学分析方法

### 第 18 部分：铬含量的测定

**警示——**使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家相关法规规定的条件。

#### 1 范围

GB/T 20975 的本部分规定了萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法、火焰原子吸收光谱法、过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定法测定铝及铝合金中铬含量,水浸取-二苯基碳酰二肼分光光度法测定铝及铝合金中六价铬含量。

本部分适用于铝及铝合金中铬含量和铝及铝合金中六价铬含量的仲裁测定。萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法测定铬测定范围:0.000 1%~0.60%;火焰原子吸收光谱法测定铬测定范围:0.010%~0.60%;过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定法测定铬测定范围:2.00%~23.00%;水浸取-二苯基碳酰二肼分光光度法测定六价铬测定范围:0.000 1%~0.10%。

注:铬质量分数为 0.010%~0.60%时,采用萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法为仲裁方法。

#### 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 8005.2 铝及铝合金术语 第 2 部分:化学分析

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

#### 3 术语和定义

GB/T 8005.2 界定的术语和定义适用于本文件。

#### 4 萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法测定铬

##### 4.1 方法提要

试料用盐酸、硝酸和硫酸混合酸溶解,过滤回收残渣中铬。用硝酸铈铵将三价铬离子氧化成六价铬离子,用 4-甲基-2-戊酮萃取六价铬离子,将其反萃到水相后使之与二苯基碳酰二肼形成有色络合物,于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度,以此测定铬含量。

##### 4.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

4.2.1 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

4.2.2 硫酸( $\rho=1.84$  g/mL)。

4.2.3 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL)。

4.2.4 氢氟酸( $\rho=1.14\text{ g/mL}$ )。

4.2.5 硫酸(2+7)。

4.2.6 盐酸(1+1)。

4.2.7 盐酸(1+24)。

4.2.8 4-甲基-2-戊酮。

4.2.9 混合酸:将 200 mL 盐酸(4.2.3)和 200 mL 硝酸(4.2.1)及 400 mL 水置于适当容器中混合。在冷却和不断搅拌下,小心地加入 120 mL 硫酸(4.2.2)。冷却后以水稀释至 1 000 mL。贮存于深颜色的玻璃容器内。

4.2.10 硝酸铈铵溶液(22 g/L):称取 2.2 g 硝酸铈铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6]$ 溶解于少量水中,加入 25 mL 硫酸(4.2.5),用水稀释至 100 mL,混匀。

4.2.11 氯化镍溶液(200 g/L):称取 20 g 六水合氯化镍溶解于少量水中,加入 60 mL 盐酸(4.2.3),用水稀释至 100 mL,混匀。

4.2.12 二苯基碳酰二肼乙醇溶液(10 g/L):称取 0.50 g 二苯基碳酰二肼溶解于 50 mL 无水乙醇中。用时现配。

4.2.13 铬标准贮存溶液:称取 0.565 8 g 预先在 140 °C 下烘干 2 h 并于干燥器中冷却的重铬酸钾(基准试剂),用适量水溶解并移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 200  $\mu\text{g}$  铬。

4.2.14 铬标准溶液 A:移取 50.00 mL 铬标准贮存溶液(4.2.13)至 500 mL 容量瓶内,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20  $\mu\text{g}$  铬。

4.2.15 铬标准溶液 B:移取 5.00 mL 铬标准贮存溶液(4.2.13)至 1 000 mL 容量瓶内,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1  $\mu\text{g}$  铬。

### 4.3 仪器

分光光度计。

### 4.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

### 4.5 分析步骤

#### 4.5.1 试料

按表 1 称取质量( $m_0$ )的试样(4.4),精确至 0.000 1 g。

表 1

铬质量分数 $w_{\text{Cr}}/\%$	试料质量 $m_0/\text{g}$	移取试液体积 $V_1/\text{mL}$
0.000 1~0.050	1.00	20.00
>0.050~0.10	0.40	10.00
>0.10~0.60	0.10	10.00

#### 4.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

#### 4.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

## 4.6 测定

4.6.1 将试料(4.5.1)置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,分次加入总量为 50 mL 的混合酸(4.2.9),若试料为纯铝( $w_{\text{Al}} \geq 99.99\%$ )时,则加入混合酸(4.2.9)前先滴加数滴氯化镍溶液(4.2.11),待试样溶解完全后,用少量水洗涤杯壁和表皿,加热试液至冒浓白烟,取下冷却,用水吹洗杯壁,用 40 mL~60 mL 水溶解并加热溶液至盐类溶解完全。移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。若有硅析出,用慢速滤纸过滤,以温热水洗涤残渣,将滤液和洗涤液收集于 100 mL 容量瓶中。将残渣连同滤纸置于铂坩埚中,小心烘干,灰化,然后在 1 000 °C 下灼烧 20 min。冷却后,加入 2 滴硫酸(4.2.2)、1 mL 硝酸(4.2.1)和数毫升氢氟酸(4.2.4)于坩埚中并小心加热至冒浓白烟,继续加热至坩埚白烟冒尽,冷却,用少量水使残渣溶解完全(必要时可加热),将此溶液合并于主滤液中。冷却后用水稀释至刻度,混匀。

4.6.2 按表 1 移取试液于标有刻度的 50 mL 比色管中,加入 2.0 mL 硝酸铈铵溶液(4.2.10),用水稀释至 30 mL,混匀。将比色管浸于沸水浴中 25 min,移出比色管,冷却至室温。

4.6.3 将溶液移入标有刻度的 100 mL 分液漏斗 A 中。用少量水洗涤比色管,洗液并入分液漏斗中,控制体积为 45 mL。加入 4.5 mL 盐酸(4.2.6),混匀。加入 25 mL 4-甲基-2-戊酮(4.2.8),振荡 1 min。静置分层,移出水相并置于另一个同样的分液漏斗 B 中。再往分液漏斗 B 中加入 25 mL 4-甲基-2-戊酮(4.2.8)并振荡 1 min。静置分层,弃去水相,将有机相合并到分液漏斗 A 中,静置澄清溶液,弃去水相。往有机相中加入 25 mL 盐酸(4.2.7),振荡 5 s,静置分层,弃去水相。

4.6.4 根据试料中铬质量分数分别按下述处理:

- 铬质量分数为 0.000 1%~0.005 0% 时,将有机相用 10 mL 水反萃取一次,第二、三次分别加入 5 mL 水反萃取,每次振荡 30 s,放出的水相收集于 25 mL 容量瓶中。加入 0.6 mL 硫酸(4.2.5)于 25 mL 容量瓶中,混匀,加入 0.5 mL 二苯基碳酰二肼乙醇溶液(4.2.12),用水稀释至刻度,混匀。
- 铬质量分数为 >0.005 0%~0.60% 时,将有机相用水连续三次反萃取,每次用水 25 mL 并振荡 30 s,放出的水相收集于 100 mL 容量瓶中。加入 2.5 mL 硫酸(4.2.5)于 100 mL 容量瓶中,混匀,加入 2.0 mL 二苯基碳酰二肼乙醇溶液(4.2.12),用水稀释至刻度,混匀。

4.6.5 放置 10 min 后,弃去少许上层溶液,移取部分试液于相应的吸收池中,于分光光度计波长 545 nm 处,以水作参比,测量其吸光度,减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查得相应的铬量( $m_1$ )。

## 4.7 工作曲线的绘制

4.7.1 根据铬质量分数,工作曲线绘制分为以下两种:

- 铬质量分数为 0.000 1%~0.005 0% 时:在 6 个带刻度的 50 mL 比色管中,分别移入 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.50 mL、5.00 mL、10.00 mL 铬标准溶液 B(4.2.15),加入 2.0 mL 硝酸铈铵溶液(4.2.10),用水洗管壁并稀释至 30 mL,混匀。以下按 4.6.2~4.6.5 进行。
- 铬质量分数为 >0.005 0%~0.60% 时:在 7 个带刻度的 50 mL 比色管中,分别移入 0 mL、4.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 铬标准溶液 B(4.2.15)和 2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL 铬标准溶液 A(4.2.14),加入 2.0 mL 硝酸铈铵溶液(4.2.10),用水洗管壁并稀释至 30 mL,混匀。以下按 4.6.2~4.6.5 进行。

4.7.2 放置 10 min 后,弃去少许上层溶液,移取部分系列标准溶液于相应的吸收池中,于分光光度计波长 545 nm 处,以水作参比,测量其吸光度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度,以铬量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 4.8 试验数据处理

铬含量以铬质量分数  $w_{\text{Cr}}$  计,按式(1)计算:

$$w_{Cr} = \frac{m_1 V_0 \times 10^{-6}}{m_0 V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_1$ ——从工作曲线上查得的铬量，单位为微克( $\mu\text{g}$ )；

$V_0$ ——试液总体积，单位为毫升( $\text{mL}$ )；

$m_0$ ——试料的质量，单位为克( $\text{g}$ )；

$V_1$ ——移取的试液体积，单位为毫升( $\text{mL}$ )。

铬质量分数 $\geq 0.001\ 0\%$ 时，计算结果保留两位有效数字；铬质量分数 $< 0.001\ 0\%$ 时，计算结果保留一位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

## 4.9 精密度

### 4.9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限  $r$ ，超过重复性限  $r$  的情况不超过 5%，重复性限  $r$  按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2

$w_{Cr}/\%$	0.000 3	0.004 4	0.081	0.37	0.57
$r/\%$	0.000 1	0.000 5	0.006	0.02	0.03

### 4.9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限  $R$ ，超过再现性限  $R$  的情况不超过 5%，再现性限  $R$  按表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3

$w_{Cr}/\%$	0.000 3	0.004 4	0.081	0.37	0.57
$R/\%$	0.000 1	0.000 7	0.008	0.03	0.04

## 5 火焰原子吸收光谱法测定铬

### 5.1 方法提要

试料用盐酸和过氧化氢溶解，于原子吸收光谱仪波长 357.9 nm 处，以空气-乙炔(或一氧化二氮-乙炔)富燃性火焰测量铬的吸光度，以此测定铬含量。

### 5.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

5.2.1 纯铝( $w_{Al} \geq 99.99\%$ ， $w_{Cr} < 0.000\ 5\%$ )。

5.2.2 硝酸( $\rho = 1.42\ \text{g/mL}$ )。

5.2.3 氢氟酸( $\rho = 1.14\ \text{g/mL}$ )。

5.2.4 过氧化氢( $\rho=1.10\text{ g/mL}$ )。

5.2.5 盐酸( $\rho=1.19\text{ g/mL}$ )。

5.2.6 盐酸(1+1)。

5.2.7 硫酸(1+1)。

5.2.8 铝基体溶液(20 g/L):称取 20.00 g 纯铝(5.2.1),置于 1 000 mL 烧杯中,盖上表皿。分次加入总量为 600 mL 的盐酸(5.2.6),待剧烈反应停止后,缓慢加热至完全溶解,然后加入数滴过氧化氢(5.2.4),煮沸数分钟,分解过量的过氧化氢,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

5.2.9 氯化镧溶液(100 g/L):称取 100 g 氧化镧,置于 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 盐酸(5.2.5)溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

5.2.10 铬(Ⅲ)标准贮存溶液:称取 1.414 g 预先在 140 °C 下烘干 2 h 并于干燥器中冷却的基准重铬酸钾,置于 400 mL 烧杯中,盖上表皿。用 20 mL 水和 10 mL 盐酸(5.2.6)溶解。滴加 10 mL 过氧化氢(5.2.4),放置 12 h~24 h 至溶液黄色完全消失,温热(不要煮沸)分解过量的过氧化氢,冷却。将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 500  $\mu\text{g}$  铬。

5.2.11 铬(Ⅲ)标准溶液:移取 25.00 mL 铬(Ⅲ)标准贮存溶液(5.2.10)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 25  $\mu\text{g}$  铬。

### 5.3 仪器

原子吸收光谱仪,附铬空心阴极灯。仪器应满足下列条件:

- 特征浓度:在与测量试料溶液基体一致的溶液中,铬的特征浓度应不大于 0.1  $\mu\text{g/mL}$ 。
- 精密度:用最高浓度的标准溶液测量吸光度 10 次,其标准偏差应不超过吸光度平均值的 1.0%,用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度溶液)测量 10 次吸光度,其标准偏差应不超过最高浓度标准溶液平均吸光度的 0.5%。
- 工作曲线线性:将工作曲线按浓度等分为五段,最高段的吸光度差值与最低段的吸光度差值之比应不小于 0.70。

### 5.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

### 5.5 分析步骤

#### 5.5.1 试料

称取质量( $m_2$ )为 1.00 g 的试样(5.4),精确至 0.000 1 g。

#### 5.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

#### 5.5.3 空白试验

称取 1.00 g 纯铝(5.2.1)代替试料(5.5.1),随同试料做空白试验。

### 5.6 测定

5.6.1 将试料(5.5.1)置于 250 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 30 mL~40 mL 水,分次加入总量为 30 mL 的盐酸(5.2.6),待剧烈反应停止后,缓慢加热至试料溶解,滴加适量的过氧化氢(5.2.4),煮沸数分钟以分解过量的过氧化氢,冷却。

5.6.2 如有不溶物,过滤、洗涤。将残渣连同滤纸置于铂坩埚中,灰化,在约 550 °C 灼烧,冷却。加入 2 mL 硫酸(5.2.7)和 5 mL 氢氟酸(5.2.3),并滴加硝酸(5.2.2)至溶液清亮。加热蒸发至干,在 700 °C 灼烧数分钟,冷却。用尽量少的盐酸(5.2.6)溶解残渣。将此试液合并于原滤液中。

5.6.3 根据试料中铬质量分数分别按下述处理:

- a) 铬质量分数为 0.010%~0.20% 时,将试液(5.6.1)或处理不溶物后合并的试液移入 100 mL 容量瓶( $V_2$ )中[若用空气-乙炔火焰测定并认为必需时,加入 5 mL 氯化镧溶液(5.2.9)],以水稀释至刻度,混匀。
- b) 铬质量分数为 >0.20%~0.60% 时,将试液(5.6.1)或处理不溶物后合并的试液移入 100 mL 容量瓶( $V_2$ )中,以水稀释至刻度,混匀。移取 10.00 mL( $V_3$ )此试液于 100 mL 容量瓶( $V_4$ )中,加入 45.00 mL 铝基体溶液(5.2.8)[若用空气-乙炔火焰测定并认为必需时,加入 5 mL 氯化镧溶液(5.2.9)],以水稀释至刻度,混匀。

5.6.4 将随同试料所做的空白试验(5.5.3)溶液及根据试料中铬质量分数而制备的试液(5.6.3)于原子吸收光谱仪波长 357.9 nm 处,用空气-乙炔(或一氧化二氮-乙炔)富燃性火焰,以水调零,测量铬的吸光度。所测吸光度减去空白试验(5.5.3)溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铬的质量浓度( $\rho$ )。

## 5.7 工作曲线的绘制

5.7.1 移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、20.00 mL 铬(Ⅲ)标准溶液(5.2.11)和 2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铬(Ⅲ)标准贮存溶液(5.2.10),分别置于 9 个 100 mL 容量瓶中,加入 50.00 mL 铝基体溶液(5.2.8)[若用空气-乙炔火焰测定并认为必需时,加入 5 mL 氯化镧溶液(5.2.9)]。以水稀释至刻度,混匀。

5.7.2 在与试液测定相同条件下测量系列标准溶液的吸光度。以铬的质量浓度为横坐标,吸光度(减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度)为纵坐标,绘制工作曲线。

## 5.8 试验数据处理

铬含量以铬质量分数  $w_{Cr}$  计,按式(2)计算:

$$w_{Cr} = \frac{\rho V_2 V_4 \times 10^{-6}}{m_2 V_3} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$\rho$  ——从工作曲线上查得的铬质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );

$V_2$  ——试料溶液定容体积,单位为毫升(mL);

$V_4$  ——移取试液定容体积,单位为毫升(mL);

$m_2$  ——试料的质量,单位为克(g);

$V_3$  ——移取试液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

## 5.9 精密度

### 5.9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限  $r$ ,超过重复性限  $r$  的情况不超过 5%,重复性限  $r$  按表 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4

$w_{Cr}/\%$	0.080	0.19	0.38
$r/\%$	0.004	0.02	0.04

5.9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不大于再现性限  $R$ ,超过再现性限  $R$  的情况不超过 5%,再现性限  $R$  按表 5 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 5

$w_{Cr}/\%$	0.080	0.19	0.38
$R/\%$	0.006	0.03	0.05



6 过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定法测定铬

6.1 方法提要

试料用氢氧化钠和过氧化氢溶解,用硝酸酸化。在硫酸-磷酸介质中,以硝酸银为催化剂,用过硫酸铵将铬(Ⅲ)氧化为铬(Ⅵ),以盐酸还原同时被氧化的锰(Ⅶ),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,以此测定铬含量。

6.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

- 6.2.1 过氧化氢( $\rho=1.10\text{ g/mL}$ )。
- 6.2.2 硝酸(1+1)。
- 6.2.3 氢氧化钠溶液(200 g/L),贮于聚乙烯瓶中。
- 6.2.4 硫酸-磷酸混合酸:于 300 mL 水中,在不断搅拌下缓慢加入 100 mL 磷酸( $\rho=1.69\text{ g/mL}$ )和 200 mL 硫酸( $\rho=1.84\text{ g/mL}$ ),混匀。
- 6.2.5 硝酸银溶液(10 g/L),贮于棕色瓶。
- 6.2.6 硫酸锰溶液(10 g/L)。
- 6.2.7 过硫酸铵溶液(200 g/L),用时现配。
- 6.2.8 盐酸(1+3)。
- 6.2.9 氯化钠溶液(100 g/L)。
- 6.2.10 重铬酸钾标准溶液[ $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.10\text{ mol/L}$ ]:称取 4.903 1 g 基准重铬酸钾(预先在 140 ℃烘干 2 h,并在干燥器中冷却至室温),置于 300 mL 烧杯中,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。
- 6.2.11 硫酸亚铁铵标准滴定溶液( $c\approx 0.10\text{ mol/L}$ ):
  - 配制:称取 40 g 硫酸亚铁铵 $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2\cdot 6H_2O]$ 于 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 水,在搅拌下缓慢加入 50 mL 硫酸( $\rho=1.84\text{ g/mL}$ ),使其溶解完全,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,用时标定(在溶液中加入纯铝丝或纯铝屑,可使溶液浓度相对稳

定)。

——标定:移取 25.00 mL( $V_5$ )重铬酸钾标准溶液(6.2.10),置于 500 mL 锥形瓶中,各加入 20 mL 硫酸-磷酸混合酸(6.2.4),80 mL 水,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(6.2.11)滴定溶液呈黄绿色,加 3 滴邻苯氨基苯甲酸溶液(6.2.12),继续滴定至溶液由紫红色变为亮绿色为终点。平行滴定 3 份,重铬酸钾标准溶液所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(6.2.11)体积的极差不超过 0.05 mL,取其平均值( $V_6$ )。

——计算:按式(3)计算硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度:

$$c = \frac{c(1/6K_2Cr_2O_7)V_5}{V_6} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$c(1/6K_2Cr_2O_7)$ ——重铬酸钾标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_5$ ——移取重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_6$ ——滴定所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留四位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

6.2.12 邻苯氨基苯甲酸溶液(2 g/L):称取 0.2 g 邻苯氨基苯甲酸(*N*-苯代邻氨基苯甲酸、苯基邻氨基苯甲酸)于 300 mL 烧杯中,加入 0.2 g 无水碳酸钠,加入 20 mL 水,微热溶解,冷却,用水稀释至 100 mL,混匀。贮于滴瓶中。

### 6.3 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

### 6.4 分析步骤

#### 6.4.1 试料

按表 6 称取质量( $m_3$ )的试样(6.3),精确至 0.000 1 g。

表 6

铬质量分数 $w_{Cr}/\%$	试料质量 $m_3/g$	加入硝酸体积/mL
2.00~7.00	1.00	33
>7.00~15.00	0.50	25
>15.00~23.00	0.30	22

#### 6.4.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

#### 6.4.3 测定

6.4.3.1 将试料(6.4.1)置于 500 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 氢氧化钠溶液(6.2.3),待剧烈反应停止后缓慢加热至完全溶解,滴加约 1 mL 过氧化氢(6.2.1),用少量水冲洗锥形瓶内壁,按表 1 加入硝酸(6.2.2),加入 20 mL 硫酸-磷酸混合酸(6.2.4),加热至盐类溶解完全。

6.4.3.2 加水至 200 mL,加入 5 mL 硝酸银溶液(6.2.5)、0.5 mL 硫酸锰溶液(6.2.6)、20 mL 过硫酸铵溶液(6.2.7),摇匀。加热煮沸至溶液出现稳定的紫红色后,继续煮沸 5 min,取下稍冷。加入 5 mL 盐酸(6.2.8),煮沸至紫红色消失后,继续煮沸 8 min~10 min,流水冷却至室温。

6.4.3.3 用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(6.2.11)滴定至溶液呈淡黄绿色,加入 3 滴邻苯氨基苯甲酸溶液(6.2.12),继续滴定至溶液由紫红色变为亮绿色为终点,记录消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积( $V_7$ )。

6.5 试验数据处理

铬含量以铬质量分数  $w_{Cr}$  计,按式(4)计算:

$$w_{Cr} = \frac{cV_7 \times 17.33 \times 10^{-3}}{m_3} \times 100\% \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- $c$  ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V_7$  ——消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 17.33 ——1 mol 硫酸亚铁铵相当铬的质量,单位为克每摩尔(g/mol);
- $m_3$  ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果表保留至小数点后两位。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

6.6 精密度

6.6.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限  $r$ ,超过重复性限  $r$  的情况不超过 5%,重复性限  $r$  按表 7 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 7

$w_{Cr}/\%$	1.72	5.36	10.23	17.47
$r/\%$	0.09	0.18	0.33	0.68

6.6.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限  $R$ ,超过再现性限  $R$  的情况不超过 5%,再现性限  $R$  按表 8 数据采用线性内插法或者外延法求得。

表 8

$w_{Cr}/\%$	1.72	5.36	10.23	17.47
$R/\%$	0.11	0.38	0.55	0.96

7 水浸取-二苯基碳酰二肼分光光度法测定六价铬

7.1 方法提要

试料用水浸取后,浸取液在硫酸介质中与二苯基碳酰二肼形成有色络合物。于分光光度计波长 545 nm 处测量其吸光度,以此测定六价铬含量。



7.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

- 7.2.1 硫酸( $\rho=1.84\text{ g/mL}$ )。
- 7.2.2 盐酸( $\rho=1.19\text{ g/mL}$ )。
- 7.2.3 盐酸(1+1)。
- 7.2.4 盐酸(1+24)。
- 7.2.5 硫酸(1+8)。
- 7.2.6 4-甲基-2-戊酮。
- 7.2.7 二苯基碳酰二肼乙醇溶液(10 g/L):称取 0.50 g 二苯基碳酰二肼溶于 50 mL 无水乙醇中。用时现配。
- 7.2.8 六价铬标准贮存溶液:称取 0.565 8 g 预先在 140 °C 下烘干 2 h 并于干燥器中冷却的重铬酸钾(基准试剂),用适量水溶解并移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 200  $\mu\text{g}$  六价铬。
- 7.2.9 六价铬标准溶液 A:移取 50.00 mL 六价铬标准贮存溶液(7.2.8)至 500 mL 容量瓶内,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 20  $\mu\text{g}$  六价铬。
- 7.2.10 六价铬标准溶液 B:移取 5.00 mL 六价铬标准贮存溶液(7.2.8)至 1 000 mL 容量瓶内,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1  $\mu\text{g}$  六价铬。

7.3 仪器

分光光度计。

7.4 试样

将样品加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

7.5 分析步骤

7.5.1 试料

按表 9 称取质量( $m_4$ )的试样(7.4),精确至 0.000 1 g。

表 9

六价铬质量分数 $w_{\text{Cr}^{6+}}/\%$	试料质量 $m_4/\text{g}$
0.000 1~0.005 0	5.00
>0.005 0~0.10	0.25

7.5.2 平行试验

平行做两份试验,取其平均值。

7.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.6 测定

- 7.6.1 将试料(7.5.1)置于 200 mL 烧杯中,加入 60 mL 水,盖上表皿,置于 40 °C  $\pm$  2 °C 水浴中,待试液

升温至设定温度后保持 30 min±0.5 min,每 5 min 用玻棒搅拌 30 s。取出,冷却。用快速定量滤纸过滤试液于 100 mL 容量瓶中,并用少量水洗涤烧杯 2 次,洗涤滤纸和不溶物 3 次,保持滤液体积约 80 mL。

注:铝具有强还原性,试料浸取过程中温度需严格控制。

7.6.2 滤液中准确加入 5.0 mL 硫酸(7.2.5),摇匀,加入 2.0 mL 二苯基碳酰二肼乙醇溶液(7.2.7),用水稀释至刻度,混匀。

7.6.3 放置 10 min 后,移取部分试液于相应的吸收池中,于分光光度计波长 545 nm 处,以水做参比,测量其吸光度,减去空白试验溶液的吸光度,从工作曲线上查得相应的六价铬量( $m_5$ )。

7.7 工作曲线的绘制

7.7.1 分别移取 0 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL 六价铬标准溶液 B(7.2.10)和 2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、13.00 mL 六价铬标准溶液 A(7.2.9)于 8 个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至约 80 mL,准确加入 5.0 mL 硫酸(7.2.5),混匀,加入 2.0 mL 二苯基碳酰二肼乙醇溶液(7.2.7),用水稀释至刻度,混匀。

7.7.2 放置 10 min 后,移取部分系列标准溶液于相应的吸收池中,于分光光度计波长 545 nm 处,以水做参比,测量其吸光度,减去系列标准溶液中“零”浓度溶液的吸光度,以六价铬量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7.8 试验数据处理

六价铬含量以六价铬质量分数  $w_{Cr^{6+}}$  计,按式(5)计算:

$$w_{Cr^{6+}} = \frac{m_5 \times 10^{-6}}{m_4} \times 100\% \dots\dots\dots (5)$$

式中:

$m_5$ ——从工作曲线上查得的六价铬量,单位为微克( $\mu g$ );

$m_4$ ——试料的质量,单位为克(g)。

六价铬质量分数 $\geq 0.001 0\%$ 时,计算结果保留两位有效数字;六价铬质量分数 $< 0.001 0\%$ 时,计算结果保留一位有效数字。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

7.9 精密度

7.9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限  $r$ ,超过重复性限  $r$  的情况不超过 5%,重复性限  $r$  按表 10 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 10

$w_{Cr^{6+}} / \%$	0.000 2	0.005 0	0.040	0.10
$r / \%$	0.000 1	0.000 4	0.002	0.004

7.9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限  $R$ ,超过再现性限  $R$  的情况不超过 5%,再现性限  $R$  按表 11 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 11

$w_{Cr^{6+}}/\%$	0.000 2	0.005 0	0.040	0.10
$R/\%$	0.000 1	0.000 6	0.003	0.006

8 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 本部分编号、名称及所用的方法；
- b) 关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息；
- c) 以适当的形式表达试验结果；
- d) 试验过程中出现的异常现象；
- e) 审核、批准等人员的签名。

\_\_\_\_\_