

201×-××-××实施

201×-××-××发布

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 —**

**Part18：Determination of chromium content**

**（征求意见稿）**

GB/T 20975.18-201X

中华人民共和国国家标准

**ICS**

**H**



中华人民共和国市场监督管理总局

中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

铝及铝合金矿化学分析方法

第18部分：铬含量的测定

方法一：萃取分离-二苯基碳酰二肼光度法

1 范围

本部分规定了铝及铝合金中铬含量的测定方法。

本部分适用于铝及铝合金中铬含量的测定。测定范围：0.00010%～0.60%。

2 方法提要

试料经盐酸、硝酸和硫酸混合酸分解，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，再用4-甲基-2-戊酮萃取六价铬离子，然后将其转入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545nm处测量其吸光度。

3 试剂

除非另有说明，分析中仅使用确认为分析纯的试剂，所用水均为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 硝酸（ρ l.42 g/mL）。

3.2 硫酸（ρ 1.84g/mL）。

3.3 盐酸（ρ 1.19g/mL）。

3.4 氢氟酸（ρ 1.14g/mL）。

3.5 4-甲基-2-戊酮。

3.6 盐酸（1+1）。

3.7 盐酸（1+24）。

3.8 硫酸（2+7）。

3.9 混合酸 ：将200 mL盐酸（3.3）和200mL硝酸（3.1）及400mL水置于适当大小的容器中进行混合，在冷却和不断搅拌下，小心地加入120 mL硫酸（3.2）。冷却后以水稀释至1000 mL，混匀，转移至深颜色的玻璃容器内贮存。

3.10 硝酸铈铵溶液（21.90 g/L）：称取2.19 g硝酸铈铵[(NH4)2Ce(NO3)6]溶解于少量水中，加入25 mL硫酸（3.8），将溶液移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.11 二苯基碳酰二肼乙醇溶液（5 g/L）：称取0.25 g二苯基碳酰二肼溶解于50 mL无水乙醇中。此溶液在使用前配制。

3.12 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（3.3），用水稀释至100 mL，混匀。

3.13 铬标准贮存溶液：称取0.5658 g预先在140℃下烘干2h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1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含200 μg铬。

3.14 铬标准溶液：移取50.00 mL铬标准贮存溶液（3.13）至500 mL容量瓶内，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含20 μg铬。

3.15 铬标准溶液：移取50.00 mL铬标准溶液（3.14）至500 mL容量瓶内，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含2 μg铬。

4仪器

分光光度计。

5 试样

将试样加工成厚度不大于1mm的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料

按表1称取试样,精确至0.0001g。

表1

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 铬的质量分数/ % | 试料/ g | 分取试液体积/ mL | 比色皿/ cm |
| 0.00010～0.050 | 1.00 | 20.00 | 3 |
| >0.050~0.10 | 0.40 | 10.00 | 2 |
| >0.10~0.60 | 0.10 | 10.00 | 1 |

6.2 平行试验

独立地进行两次测定，取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

6.4 测定

6.4.1 将试料（6.1）置于250 mL烧杯中，盖上表皿，分次加入总量为50.0mL的混合酸（3.9）（若分析测定极纯的铝，则在加入混合酸（3.9）前预先滴加数滴氯化镍溶液（3.12）），待试样溶解完全后，用少量水洗涤杯壁和表皿，摇匀后继续加热试液至刚冒三氧化硫白烟，取下冷却。用40 mL~60mL水溶解并加热试液至盐类完全溶解，移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

若有原硅酸沉淀析出，用慢速滤纸过滤，以温热水洗涤沉淀，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1000 ℃高温炉中灼烧20 min。取出冷却后，加入2滴硫酸（3.2）、1 mL硝酸（3.1）和数毫升氢氟酸（3.4），于坩埚中小心加热至有三氧化硫白烟释放出，然后将坩埚加热至刚干，冷却。用少量水微热溶解盐类完全，并将此溶液合并于主滤液中。冷却后用水稀释至刻度，混匀。

6.4.2 按表1分取试液于30 mL刻度管中，加入2.0 mL硝酸铈铵溶液（3.10），用水稀释30 mL，混匀。将刻度管浸于沸水浴中25 min，移出刻度管，冷却至室温。

6.4.3 将试液移入标有45 mL刻度的100 mL分液漏斗A中。用少量水洗涤刻度管，洗液并入分液漏斗中，控制溶液体积为45 mL。加入4.5 mL盐酸（3.6），混匀，加入25 mL4-甲基-2-戊酮（3.5），振荡1 min。静置分层，移出水相并置于另一个分液漏斗B中。再往分液漏斗B中加入25 mL 4-甲基-2-戊酮（3.5），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（3.7），振荡5s，静置分层，弃去水相。

6.4.4 铬的质量分数在0.00010%~0.005%时，加入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30s，放出的水相收集于25 mL容量瓶中。

铬的质量分数在>0.005%~0.60%时，将有机相中的六价铬离子用水连续三次反萃取，每次用水25 mL并振荡30s，放出的水相收集于100 mL容量瓶中。

6.4.5 铬的质量分数在0.00010%~0.005%时，加入0.6 mL硫酸（3.8）于25 mL容量瓶中，混匀，加入1 mL二苯基碳酰二肼乙醇溶液（3.11），用水稀释至刻度，混匀。

铬的质量分数在>0.005%~0.60%时，加入2.5 mL硫酸（3.8）于100 mL容量瓶中，混匀，加入1 mL二苯基碳酰二肼乙醇溶液（3.11），用水稀释至刻度，混匀。

6.4.6 10 min后，舍弃少许上层溶液，移取部分试液于相应比色皿中，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。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 铬的质量分数在0.00010%~0.0050% 时系列标准溶液的制备。

在6个30 mL刻度管中，分别加入0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.25 mL、2.50 mL、5.00 mL铬标准溶液（3.15），各加入2.0 mL硝酸铈铵溶液（3.10），混匀。用水洗管壁至体积为30 mL，以下按6.4.2~6.4.5进行。

6.5.2 铬的质量分数在>0.0050%~0.60%时系列标准溶液的制备。

在7个30 mL刻度管中，分别加入0 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL铬标准溶液（3.15）和2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL铬标准溶液(3.14)，各加入2.0 mL硝酸铈铵溶液（3.10），混匀。用水洗管壁至体积为30 mL，以下按6.4.2~6.4.5进行。

6.5.3 10 min后，舍弃少许上层溶液，移取部分系列标准溶液于相应比色皿中，于分光光度计波长545 nm处，以水为参比，测量其吸光度，减去试剂空白溶液的吸光度，以铬量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

铬含量以质量分数*wCr*记，数值以%表示，按公式（1）计算：

 ................................................ （1）

式中：

*m1* — 从工作曲线上查得的铬量，单位为微克（μg）；

*m0* — 试料的质量，单位为克（g）；

*V1* — 按表1分取的试液体积，单位为毫升（mL）；

*V0* — 试液总体积，单位为毫升（mL）

计算结果保留两位有效数字。

8 精密度

8.1 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 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wCr*/ % | 0.00035 | 0.0045 | 0.082 | 0.37 | 0.57 |
| *r* / % |  |  |  |  |  |

8.2 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 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wCr* / % | 0.00035 | 0.0045 | 0.082 | 0.37 | 0.57 |
| *R*/ % |  |  |  |  |  |

9 试验报告

试验报告至少应包括以下几个方面的内容：

——试样；

——使用的标准（GB/T 20975.18—201X）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。