



中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.18—2008

代替 GB/T 6987.30—2001, GB/T 6987.18—2001

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

2008-03-31 发布

2008-09-01 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

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》是对 GB/T 6987—2001《铝及铝合金化学分析方法》的修订,本次修订将原标准号 GB/T 6987 改为 GB/T 20975。

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 25 个部分:

- 第 1 部分:汞含量的测定 冷原子吸收光谱法;
- 第 2 部分:砷含量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 3 部分:铜含量的测定;
- 第 4 部分:铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;
- 第 5 部分:硅含量的测定;
- 第 6 部分:镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 7 部分:锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法;
- 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 火焰原子吸收光谱法;
- 第 12 部分:钛含量的测定;
- 第 13 部分:钒含量的测定 苯甲酰苯胺分光光度法;
- 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:铈含量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 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 火焰原子吸收光谱法;
- 第 22 部分:铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法;
- 第 23 部分:锑含量的测定 碘化钾分光光度法;
- 第 24 部分:稀土总含量的测定;
- 第 25 部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为第 18 部分,对应于 ISO 3978:1976《铝及铝合金——铬的测定——萃取后用二苯卡巴肼分光光度法》和 ISO 4193:1981《铝及铝合金——铬的测定——火焰原子吸收光谱法》,一致性程度为修改采用。

本部分“方法一:萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法”修改采用 ISO 3978:1976。附录 A(表 A.1)中列出了本部分章条和对应的国际标准章条的对照一览表。本部分在采用国际标准时对部分内容进行了修改,这些技术性差异用垂直单线标识在它们所涉及的条款的页边空白处。在附录 B 中给出了技术性差异及其原因的一览表以供参考。

本部分“方法二:火焰原子吸收光谱法”修改采用 ISO 4193:1981。附录 A(表 A.2)中列出了本部分章条和对应的国际标准章条的对照一览表。在采用国际标准时对部分内容进行了修改。这些技术性差异用垂直单线标识在它们所涉及的条款的页边空白处。主要技术差异如下:

- 在第 10 章中铬的测定范围不包括 0.003%~0.010%；
- 在第 13 章中增加了使用仪器的技术指标；
- 在第 16 章中以浓度、体积代替重量参数；
- 在第 17 章中增加了精密度条款；
- 在第 18 章中增加了质量保证与控制条款；
- 减少了试验报告的内容要求。

本部分代替 GB/T 6987.18—2001《铝及铝合金化学分析方法 火焰原子吸收光谱法测定铬量》和 GB/T 6987.30—2001《铝及铝合金化学分析方法 萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法测定铬量》。本次修订将 GB/T 6987.30 的有关内容纳入本部分。

与 GB/T 6987.18—2001 相比主要变化如下：

- 将 6987.30—2001 内容作为本部分的“方法一：萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法”，原标准内容作为“方法二：火焰原子吸收光谱法”；
- 将测定范围由 0.003 0%~0.60% 修订为 0.010%~0.60%；
- 增加了“重复性”条款；
- 增加了“质量保证与控制”条款；
- 对允许差进行了修改。

本部分的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本部分的“方法一：萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法”为仲裁方法。

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归口。

本部分由东北轻合金有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分起草单位：广州有色金属研究院。

本部分方法一主要起草人：戴凤英、刘天平、张永进、席欢、葛立新、范顺科。

本部分方法二主要起草人：刘天平、戴凤英、谢辉、席欢、马存真、朱玉华。

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。

铝及铝合金化学分析方法

第 18 部分: 铬含量的测定

方法一: 萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法

1 范围

本方法规定了铝及铝合金中铬含量的测定方法。

本方法适用于铝及铝合金中铬含量的测定。测定范围: 0.000 1%~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-戊酮-2 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 545 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.4 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。

3.5 硫酸(2+7)。

3.6 盐酸(1+1): 贮存于冰箱中。

3.7 盐酸(1+24): 贮存于冰箱中。

3.8 混合酸: 将 200 mL 盐酸(3.3)和 200 mL 硝酸(3.1)及 400 mL 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 1 000 mL。混合酸贮存于深颜色的玻璃容器内。

3.9 硝酸铈铵溶液(21.90 g/L): 称取 2.19 g 硝酸铈铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Ce}(\text{NO}_3)_6]$ 溶解于少量水中并加入 25 mL 硫酸(3.5)。将溶液转移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

3.10 4-甲基-戊酮-2 按下述方法提纯: 于 1 000 mL 分液漏斗中, 移入 250 mL 预先冷却至 5℃~10℃ 的 4-甲基-戊酮-2 $[\text{CH}_3\text{COCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)_2]$, 并加入 250 mL 冷却至同一温度的盐酸(3.7), 用力摇动 1 min; 然后静置分层, 弃去水相。将 4-甲基-戊酮-2 收集于适宜的容器中, 此试剂应冷却使用。

3.11 二苯基碳酰二肼丙酮溶液(10 g/L): 称取 0.50 g 熔点在 170℃ 以上的二苯基碳酰二肼溶解于少量丙酮中, 移入 50 mL 容量瓶中, 冷却至 5℃~10℃, 并用丙酮稀释至刻度。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。

3.13 铝基体溶液(20 g/L): 称取 20.00 g 高纯铝 $[\omega(\text{Al}) \geq 99.99\%$, 不含铬], 置于 1 000 mL 烧杯中, 加入 1 mL 氯化镍溶液(3.12)并分次少量加入总量为 200 mL 盐酸(3.3), 必要时用水稀释。待反应完毕后, 加入 200 mL 硝酸(3.1), 冷却, 加入 120 mL 硫酸(3.2)。小心加热溶液至刚有三氧化硫白烟冒出后, 取下冷却。用水吹洗杯壁, 搅匀后继续加热至有三氧化硫白烟冒出, 取下冷却, 用水溶解并加热至溶液清亮。冷却后, 将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

3.14 铬标准贮存溶液: 称取 0.566 6 g 预先在 140℃ 下烘干并于干燥器中冷却的基准重铬酸钾, 置于