



中华人民共和国国家标准

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

Aluminium and aluminium alloys—
Determination of chromium content—
Diphenylcarbazide spectrophotometry method after extraction

2001-07-10 发布

2001-12-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准是对 GB/T 6987.1~6987.21—1986、GB/T 6987.22~6987.23—1987、GB/T 6987.24—1988 的修订,本次修订主要有以下变化:

——修订前共测定 18 个元素,有 24 个分析方法,修订后共测定 22 个元素,有 32 个分析方法;

——新增加了镉、锂、硼、锶四种元素的分析方法,分别是 GB/T 6987.25、GB/T 6987.26、GB/T 6987.27、GB/T 6987.28;

——新制定了铜、铬、钛、稀土元素的分析方法,分别是 GB/T 6987.29、GB/T 6987.30、GB/T 6987.31、GB/T 6987.32;

——为适应实际情况,GB/T 6987.5、GB/T 6987.9、GB/T 6987.10、GB/T 6987.11、GB/T 6987.12、GB/T 6987.13、GB/T 6987.19、GB/T 6987.20、GB/T 6987.22、GB/T 6987.23、GB/T 6987.24 等 11 个分析方法扩大了元素的分析范围;

——其余 13 个分析方法经编辑性整理后予以重新确认。

本标准中有 17 个分析方法非等效采用国际标准,具体采用情况见表 1。

表 1

序号	分标准编号	分标准名称	采用国际标准
1	GB/T 6987.1	电解重量法测定铜量	ISO 796:1973
2	GB/T 6987.2	草酰二酰肼分光光度法测定铜量	ISO 795:1976
3	GB/T 6987.3	火焰原子吸收光谱法测定铜量	ISO 3980:1977
4	GB/T 6987.4	邻二氮杂菲分光光度法测定铁量	ISO 793:1973
5	GB/T 6987.5	重量法测定硅量	ISO 797:1973
6	GB/T 6987.6	钼蓝分光光度法测定硅量	ISO 808:1973
7	GB/T 6987.7	高碘酸钾分光光度法测定锰量	ISO 886:1973
8	GB/T 6987.8	EDTA 滴定法测定锌量	ISO 1784:1976
9	GB/T 6987.9	火焰原子吸收光谱法测定锌量	ISO 5194:1981
10	GB/T 6987.11	火焰原子吸收光谱法测定铅量	ISO 4192:1981
11	GB/T 6987.12	二安替吡啉甲烷分光光度法测定钛量	ISO 6827:1981
12	GB/T 6987.14	丁二酮肟分光光度法测定镍量	ISO 3979:1977
13	GB/T 6987.15	火焰原子吸收光谱法测定镍量	ISO 3981:1977
14	GB/T 6987.16	CDTA 滴定法测定镁量	ISO 2297:1973
15	GB/T 6987.17	火焰原子吸收光谱法测定镁量	ISO 3256:1977
16	GB/T 6987.18	火焰原子吸收光谱法测定铬量	ISO 4193:1981
17	GB/T 6987.30	萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法测定铬量	ISO 3978:1976

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6987.1~6987.21—1986、GB/T 6987.22~6987.23—1987、GB/T 6987.24—1988。

GB/T 6987.1~6987.32—2001

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准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。

本标准由东北轻合金有限责任公司、郑州轻金属研究院、抚顺铝厂、兰州铝业股份有限公司西北铝加工分公司、本溪合金有限责任公司、北京有色金属研究总院、西南铝业(集团)有限责任公司、中国长城铝业公司、贵州铝厂起草。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 6987.1~6987.21—1986；

——GB/T 6987.22~6987.23—1987；

——GB/T 6987.24—1988。

前 言

本标准非等效采用 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》，测定范围由 0.002%~0.60% 调整为本标准的 0.000 1%~1.00%。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所归口。

本标准由东北轻合金有限责任公司负责起草。

本标准起草单位：本溪合金有限责任公司。

本标准主要起草人：刘立新、栾丽萍。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

中华人民共和国国家标准

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

GB/T 6987.30—2001
neq ISO 3978:1976

Aluminium and aluminium alloys—
Determination of chromium content—
Diphenylcarbazide spectrophotometry method after extraction

1 范围

本标准规定了铝及铝合金中铬含量的测定方法。

本标准适用于铝及铝合金中铬含量的测定。测定范围 0.000 1%~1.00%。

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,使用冷的试剂。

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 的分液漏斗中,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 0.25 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 25 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。