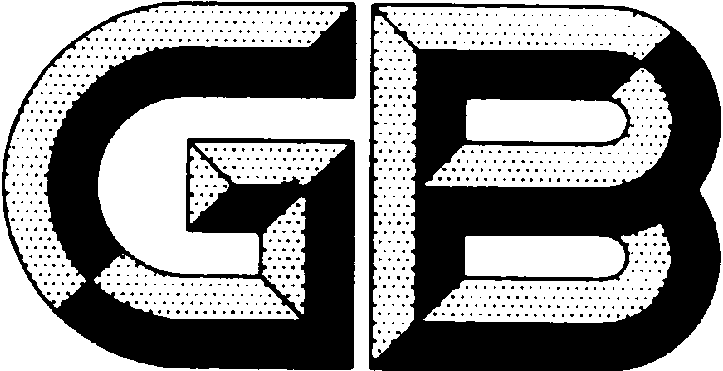
ICS 77.120.10

H 12



**中华人民共和国国家标准**

GB/T 20975.18—201X

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**

**（送审稿）**

201X-XX-XX 发布 201X-XX-XX 实施

发 布

国家市场监督管理总局

中国国家标准化管理委员会

1. 前 言
2. GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为37部分：
3. ——第1部分：汞含量的测定
4. ——第2部分：砷含量的测定
5. ——第3部分：铜含量的测定
6. ——第4部分：铁含量的测定
7. ——第5部分：硅含量的测定
8. ——第6部分：镉含量的测定
9. ——第7部分：锰含量的测定
10. ——第8部分：锌含量的测定
11. ——第9部分：锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法
12. ——第10部分：锡含量的测定
13. ——第11部分：铅含量的测定
14. ——第12部分：钛含量的测定
15. ——第13部分：钒含量的测定
16. ——第14部分：镍含量的测定
17. ——第15部分：硼含量的测定
18. ——第16部分：镁含量的测定
19. ——第17部分：锶含量的测定
20. ——第18部分：铬含量的测定
21. ——第19部分：锆含量的测定
22. ——第20部分：镓含量的测定 丁基罗丹明B分光光度法
23. ——第21部分: 钙含量的测定
24. ——第22部分：铍含量的测定
25. ——第23部分：锑含量的测定
26. ——第24部分：稀土总含量的测定
27. ——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
28. ——第26部分：碳含量的测定 红外吸收法
29. ——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
30. ——第28部分：钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法
31. ——第29部分：钼含量的测定 硫氰酸盐分光光度法
32. ——第30部分：氢含量的测定 加热提取热导法
33. ——第31部分: 磷含量的测定 钼蓝分光光度法
34. ——第32部分：铋含量的测定
35. ——第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法
36. ——第34部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法
37. ——第35部分：钨含量的测定 硫氰酸盐分光光度法
38. ——第36部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法
39. ——第37部分：铌含量的测定
40. 本部分为GB/T 20975的第18部分。
41. 本部分按照GB/T 1.1—2009给出的规则起草。
42. 本部分由中国有色金属工业协会提出。
43. 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、。

本部分起草人：

铝及铝合金化学分析方法

第18部分：铬含量的测定

警告—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和过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定法测定铝及铝合金、铝铬中间合金中铬含量的方法。

本部分的萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法适用于铝及铝合金中铬含量的测定，测定范围：0.00001%～0.60%；火焰原子吸收光谱法适用于铝及铝合金中铬含量的测定，测定范围：0.010%~0.60%；过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定法适用于铝铬中间合金中铬含量的测定，测定范围：2.0 %～23.0 %。

**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，仅注明日期的版本适用于本文件。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T8005.2 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 20000.1、GB/T8005.2界定的术语和定于适用于本文件。

**4 萃取分离-二苯基碳酰二肼分光光度法**

4.1 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，然后将其转进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。

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(pl.42 g/mL)。

4.2.2 硫酸(p1.84g/mL)。

4.2.3 盐酸(p1.19g/mL)。

4.2.4 氢氟酸(p1.14g/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 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混合酸贮存于深颜色的玻璃容器内。

4.2.9 硝酸铈铵溶液(21.90g/L):称取2.19g硝酸铈铵[(NH4)2Ce(NO3)6]溶解于少量水中，加入25mL硫酸(3.5) ，用水稀释至100mL，混匀。

4.2.10 4-甲基-2-戊酮。

4.2.11 二苯基碳酰二肼乙醇溶液(10g/L):称取0.50g二苯基碳酰二肼溶解于50mL乙醇中。此溶液在使用前配制。

4.2.12 铬标准贮存溶液:称取0.5666g预先在140℃下烘干并于干燥器中冷却的基准重铬酸钾，置于400mL烧杯中，加入100mL水溶解。加入10 mL盐酸(3.3)和25 mL乙醇[95%(体积分数)]。加热煮沸并浓缩溶液至10 mL~20mL.加入10mL硫酸(3.2)和5mL硝酸(3.1)将溶液加热至刚有三氧化硫白烟冒出后，取下冷却。用水吹洗杯壁，摇匀后继续加热至冒三氧化硫白烟，取下冷却。用水溶解并加热至溶液清晰为止，冷却。将溶液移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.20 mg铬。  
4.2.13 铬标准溶液:移取50.00 mL铬标准贮存溶液(3.14)至500 mL容量瓶内，用水稀释至刻度，混匀.此溶液1mL含20.00μg铬。

4.2.14 铬标准溶液:移取50.00 mL铬标准溶液(3.15)至500 mL容量瓶内，用水稀释至刻度，混匀.此溶液1mL含2.00μg铬。

4.3 仪器

分光光度计。

4.4 试样

将试样加工成厚度不大于1mm的碎屑。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

按表1称取质量（**）的试样（4.4），精确至0.0001g。

表1

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 铬的质量分数/% | 试料/g | 分取试液体积/mL |
| 0.0001～0.050 | 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

移取10.00 mL水， 置于250mL烧杯中，以下随同试料(4.5.1)按6.4.2~6.4.6进行。

4.6 测定

4.6.1 将试料(4.5.1)置于250mL烧杯中，盖上表皿，分次加入总量为50.0mL的混合酸(3.8)，待反应停止后，用少量水洗涤杯壁和表皿，加热试液至刚有三氧化硫白烟冒出后，取下冷却，用水吹洗杯壁，用40 mL~60mL水溶解并加热溶液至盐类完全溶解。铬的质量分数为0.0001-0.050% 样品，加入10.0ml硝酸铈铵溶液(3.9)，水浴30min。铬的质量分数为>0.050-0.060% 样品，加入20.0ml硝酸铈铵溶液(3.9)水浴，30min。

注：若有硅析出，用慢速滤纸过滤，以温热水洗涤硅，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1000C下灼烧20 min。冷却后，加入2滴硫酸(3.2)、1mL硝酸(3.1)和数毫升氢氟酸(3.4)于坩埚中并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，用少量水溶解残渣，必要时可加热至溶解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。

4.6.2 按表1分取试液移入标有45mL刻度的100mL分液漏斗A中.用少量水洗涤刻度管，洗液并入分液漏斗中，控制体积为45mL加入4.5mL盐酸(3.6)，混匀.加入25mL的4-甲基-2-戊酮 (3.10)，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(3.10)并振荡1min.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.

4.6.3 铬的质量分数在0.0001~005%时，加入10mL水反萃取一次，第二、三次分别加入5mL水反萃取，每次振荡30s，放出的水相收集于50 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100mL容量瓶内。

4.6.4 铬的质量分数在0.0001~005%时，加入1.2mI硫酸(3.5)于50 mL容量瓶中，混匀，加入1.0 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2.5mL硫酸(3.5)于100 mL容量瓶中，混匀，加入2.0mL二苯基碳酰二肼溶液(3.11)，用水稀释至刻度，混匀。

4.6.5 10 min后，移取部分试液于2 cm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。

4.7 工作曲线的绘制

4.7.1 铬的质量分数在0.0001%~0.0050% 时系列标准溶液的制备:

在6个25 mL刻度管中，分别加入0mL，0.25mL0.50 mL，1.25 mL，2.50 mL，5.00 mL铬标准溶液(3.16)，各加入2.0mL硝酸铈铵溶液(3.9)，混匀.用水洗管壁至体积为25 mL以下按6.4.2~6.4.5进行。

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

在7个25mL刻度管中，加入0mL，2.0mL，5.0mL10.0mL铬标准溶液(3.16)和2.0mL，4.0mL，6.0mL铬标准溶液(3，15)，各加入2.0mL硝酸铈铵溶液(3.9)，混匀，用水洗管壁至体积为25 mL以下按6.4.2~6.4.5进行。

4.7.3 10 min后，移取部分系列标准溶液于2 cm 吸收池中，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.

4.8 试验数据处理

4.8.1 铬含量以质量分数*wCr*计，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）

4.8.2 计算结果表示至小数点后二位。数值修约执行GB/T 8170中3.2、3.3条款。

**4.9 精密度**

1. 4.9.1 重复性
2. 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和外延法求得：
3. 表2 重复性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *WCr/ %* |  |  |  |  |  |  |  |
| *r / %* |  |  |  |  |  |  |  |

1. 4.9.2 再现性
2. 在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差不大于再现性限*R*，超过再现性限*R*的情况不超过5%，再现性限*R*按表3数据采用线性内插法和外延法求得：
3. 表3 再现性限

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *wCr*/ % |  |  |  |  |  |  |  |
| *R / %* |  |  |  |  |  |  |  |

1. **5 火焰原子吸收光谱法**

**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357.9nm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。

**5.2 试剂**

**5.2.1** 高纯铝 [ω(Al)≥99.99 %，不含铬]。

**5.2.2**  硝酸（ρ1.42 g/mL）。

**5.2.3** 氢氟酸（ρ1.14 g/mL）。

**5.2.4** 过氧化氢(ρ1.10 g/mL)。

**5.2.5** 盐酸（ρ1.19g/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20.00g经酸洗的高纯铝（11.1），置于1000 mL烧杯中，盖上表皿。分次加入总量为600 mL的盐酸（11.6），加1滴汞助溶。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（11.4），煮沸数分钟，分解过量的过氧化氢，冷却。将溶液移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

**5.2.9** 氯化镧溶液：称取100g氧化镧，置于500 mL烧杯中，加入200 mL盐酸（11.5）溶解。移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

**5.2.10** 铬标准溶液：称取1.414g预先在140℃下烘干并于干燥器中冷却的基准重铬酸钾，置于400mL烧杯中，盖上表皿。用20mL水和10 mL 盐酸（11.6）溶解。滴加10 mL过氧化氢（11.4），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1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.5 mg铬。

**5.2.11** 铬标准溶液：移取25.00 mL铬标准溶液（11.10）于500 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含0.025 mg铬。

**5.3 仪器**

原子吸收光谱仪，附铬空心阴极灯。

在仪器最佳工作条件下，凡能达到下列指标者均可使用：

灵敏度：在与测量试料溶液的基体相一致的溶液中，铬的特征浓度应不大于0.1µg/mL。

精密度：用最高浓度的标准溶液测量10次吸光度，其标准偏差应不超过平均吸光度的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成五段，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0.7。

**5.4 试样**

将试样加工成厚度不大于1mm的碎屑。

**5.5 分析步骤**

**5.5.1 试料**

称取质量（*m0*）为1.00g的试样（5.4），精确至0.0001g。

**5.5.2 测定次数**

独立地进行两次测定，取其平均值。

**5.5.3 空白试验**

称取1.00g高纯铝（11.1）代替试料（14.1）随同试料做空白试验。

**5.6 测定**

**5.6.1** 将试料（14.1）置于250mL烧杯中，盖上表皿，加入30mL～40mL水，分次加入总量为30mL的盐酸（11.6），待剧烈反应停止后，缓慢加热至试料完全溶解，滴加适量的过氧化氢（11.4），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℃灼烧，冷却。加入2 mL硫酸（11.7）和5mL氢氟酸（11.3），并滴加硝酸（11.2）至溶液清亮。加热蒸发至干，在700℃灼烧数分钟，冷却。用尽量少的盐酸（11.6）溶解残渣（必要时过滤）。将此试液合并于原滤液中。

**5.6.3** 根据试料中铬的质量分数分别按下述处理：

铬的质量分数为0.010%～0.20 % 时，将试液（14.4.1）或处理不溶物后合并的试液移入100 mL容量瓶中[若用空气―乙炔火焰测定并认为必需时，加入5mL氯化镧溶液（11.9）]，以水稀释至刻度，混匀。

铬的质量分数为＞0.20 %～0.60 % 时，将试液（15.4.1）或处理不溶物后合并的试液移入100 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。分取10.00mL此试液于100mL容量瓶中，加入45.00mL铝基体溶液（11.8）[若用空气―乙炔火焰测定并认为必需时，加入5mL氯化镧溶液（11.9）]，以水稀释至刻度，混匀。

**5.6.4** 将随同试料所做的空白试验（14.3）溶液及根据试料中铬的质量分数而制备的试液（14.4.3）于原子吸收光谱仪波长357.9nm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（14.3）溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的铬浓度。

**5.7 工作曲线的绘制**

**5.7.1** 系列标准溶液的制备

移取0mL、1.00mL、2.00mL、4.00mL、8.00mL、20.00mL铬标准溶液（11.11）和2.00mL、3.00mL、4.00mL铬标准溶液（11.10），分别置于9个100mL容量瓶中，各加入50.00mL铝基体溶液（11.8）[若用空气―乙炔火焰测定并认为必需时，加入5mL氯化镧溶液（11.9）]。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**

5.8.1 铬含量以质量分数*wCr*计，数值以%表示，按公式（2）计算：

ω(Cr)=……………………………………(2)

式中：

C　　 自工作曲线上查得的铬浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V 试液体积，单位为毫升（mL）；

m0 试料的质量，单位为克（g）；

R 稀释系数，14.4.3中两种情况的R值分别为1和10。

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 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Cr/ % |  |  |  |
| *r* / % |  |  |  |

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 再现性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| *w*Cr / % |  |  |  |
| *R* / % |  |  |  |

1. **6 过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定法**

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，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定。

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符合GB/T 6682规定的二级水。

6.2.1 过氧化氢（ρ1.10 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（ρ1.69 g/mL）和200 mL硫酸（ρ1.84 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），现用现配。

6.2.8 盐酸（1+3）。

6.2.9 盐酸（1+3）。

6.2.10 氯化钠溶液（100 g/L）。

6.2.11 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。

6.2.12 重铬酸钾标准溶液[c(1/6K2Cr2O7)=0.1000 mol/L]：称取4.9031 g基准重铬酸钾（预先在150 ℃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1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，摇匀。

6.2.13 硫酸亚铁铵标准溶液（0.1000 mol/L）。

6.2.13.1 配制：称取40 g硫酸亚铁铵[(NH4)2Fe(SO4)2·6H2O]于500 mL烧杯中，加入200 mL水，在搅拌下缓慢加入50 mL硫酸（ρ1.84 g/mL），使其溶解完全，冷却至室温，移入1000 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）。

6.2.13.2 标定及计算：移取三份25.00 mL重铬酸钾标准溶液（4.12）（*V1*），分别置于三个500 mL锥形瓶中，各加入20 mL混合酸（4.4）、80 mL水，用硫酸亚铁铵标准溶液（4.13.1）滴定溶液呈黄绿色，加3滴邻苯氨基苯甲酸溶液（4.11），继续滴定至溶液由紫红色变为亮绿色为终点。三份重铬酸钾标准溶液所消耗硫酸亚铁铵标准溶液（4.13.1）体积的极差不超过0.05 mL，取其平均值（*V*）。

按式(3) 计算硫酸亚铁铵标准溶液的浓度*ρ*：

 ……………………………………………………（1）

式中：

*ρ1—*—重铬酸钾标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V1—*—移取重铬酸钾标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*V—*—滴定所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积，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条款。

6.3 试样

将试样加工成厚度不大于1 mm的碎屑。

6.4 分析步骤

6.4.1 试料

按表1称取质量（*m*）的试样（5），精确至0.0001 g。

表1 试料量和加入硝酸体积

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 质量分数  % | 试料量  g | 加入硝酸（4.2）体积  mL |
| 2.0～7.0 | 1.0 | 33 |
| ≥7.0～15.0 | 0.5 | 25 |
| ≥15.0～23.0 | 0.3 | 22 |

6.4.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

6.4.3 测定

6.4.3.1 将试料（6.1）置于500 mL锥形瓶中，加入20 mL氢氧化钠溶液（4.3），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（4.1），使硅、铬的化合物分解，用少量水冲洗锥形瓶内壁，按表1加入硝酸（4.2）酸化，加入20 mL硫酸-磷酸混合酸（4.4），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（4.5）、0.5 mL硫酸锰溶液（4.6）、20 mL过硫酸铵溶液（4.7），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（4.8），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 用硫酸亚铁铵标准溶液（4.13）滴定至溶液呈淡黄绿色，加入3滴邻苯氨基苯甲酸溶液（4.11），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溶液的体积（*V*）。

6.5 试验数据处理

6.5.1 按式(3) 计算铬的质量分数*ωCr*：

 ………………………………（3）

式中：

*ρ—*—硫酸亚铁铵标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

*V—*—消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

*m—*—试料的质量，单位为克（g）；

0.01733*—*—1毫摩尔硫酸亚铁铵相当铬的质量，单位为克（g）。

6.5.2 计算结果表示至小数点后二位。数值修约执行GB/T 8170-2008中3.2、3.3条款。

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，在表2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*按以下数据采用线性内插法或外延法求得。

表6 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Cr/% | 1.72 | 5.36 | 10.23 | 17.47 |
| *r*/% | 0.09 | 0.18 | 0.33 | 1.08 |

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，在表3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者外延法求得。

表7 再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| *ω*Cr/% | 1.72 | 5.36 | 10.23 | 17.47 |
| *R*/% | 0.11 | 0.38 | 0.95 | 3.96 |

1. **7 质量保证和控制**
2. 分析时，用标准样品或控制样品进行校核，或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。
3. **8 试验报告**
4. 试验报告至少应给出以下几个方面的以下内容：
5. a）本部分编号及名称；
6. 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；
7. c）以适当的形式表达试验结果；
8. d）试验过程中出现的异常现象；
9. e）在本方法标准中没有明确说明或是可选择的、且可能影响结果的任何操作；
10. f）试验、审核等相关责任人的签名。