



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 发布
中国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》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 苯甲酰苯胍分光光度法;
- 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:铈含量的测定 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 $[w(\text{Al})\geq 99.99\%$,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

400 mL 烧杯中,加入 100 mL 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~20 mL。加入 10 mL 硫酸(3.2)和 5 mL 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 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.20 mg 铬。

3.15 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 1 mL 含 20.00 μg 铬。

3.16 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 1 mL 含 2.00 μg 铬。

4 仪器

分光光度计。

5 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

铬的质量分数/%	试料/g	分取试液体积/mL	加入铝基体溶液(3.13)体积/mL
0.000 1~0.050	1.00	20.00	—
>0.050~0.10	0.40	10.00	8.0
>0.10~0.60	0.10	10.00	9.5

6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

移取 10.00 mL 铝基体溶液(3.13),置于 30 mL 刻度管中,用水稀释至约 20 mL,加入 2.0 mL 硝酸铈铵溶液(3.9),混匀,用水洗管壁至体积为 30 mL,以下随同试料(6.1)按 6.4.2~6.4.6 进行。

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 50.0 mL 的混合酸(3.8),[若分析测定极纯的铝,则加入混合酸前先滴加数滴氯化镍溶液(3.12)]。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,摇匀后继续加热至冒三氧化硫白烟,取下冷却。用 40 mL~60 mL 水溶解并加热溶液至盐类完全溶解。若有硅析出,用致密滤纸过滤,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 1 000 $^{\circ}\text{C}$ 下灼烧 20 min。

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。

6.4.2 按表 1 分取试液和相应体积的铝基体溶液(3.13)于 30 mL 刻度管中,加入 2.0 mL 硝酸铈铵溶液(3.9),混匀,用水洗管壁至体积为 30 mL。

将刻度管浸于沸水浴中 25 min,移出刻度管,并先用流水冷却,然后放在冰浴中,至温度为

5℃~10℃。

注：分析过程中盐酸(3.6)和盐酸(3.7),4-甲基-戊酮-2(3.10)以及二苯基碳酰二肼溶液(3.11),存放同一冰浴中。

6.4.3 将溶液移入标有 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,控制体积为 45 mL。加入 4.5 mL 在冰浴中冷却的盐酸(3.6),混匀。加入 25 mL 冷却的 4-甲基-戊酮-2(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 冷却的 4-甲基-戊酮-2(3.10)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 冷的盐酸(3.7),振荡 5 s,静置分层,弃去水相。

6.4.4 铬的质量分数在 0.000 1%~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 30 s,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 30 s,放出的水相收集于 100 mL 容量瓶内。

6.4.5 加入 0.6 mL 硫酸(3.5)于 25 mL 容量瓶中,混匀,加入 0.5 mL 冷的二苯基碳酰二肼溶液(3.11),用水稀释至刻度,混匀。

加入 2.5 mL 硫酸(3.5)于 100 mL 容量瓶中,混匀,加入 2.0 mL 冷的二苯基碳酰二肼溶液(3.11),用水稀释至刻度,混匀。

6.4.6 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。

6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 铬的质量分数在 0.000 1%~0.005 0% 时系列标准溶液的制备:

在预先盛有 10.00 mL 铝基体溶液(3.13)的 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(3.16),各加入 2.0 mL 硝酸铈铵溶液(3.9),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 >0.005 0%~0.60% 时系列标准溶液的制备:

在预先盛有 10.00 mL 铝基体溶液(3.13)的 7 个 30 mL 刻度管中,加入 0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL 铬标准溶液(3.16)和 2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL 铬标准溶液(3.15),各加入 2.0 mL 硝酸铈铵溶液(3.9),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,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。

7 分析结果的计算

按式(1)计算铬的质量分数(%):

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

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的铬量,单位为微克(μg);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

V_1 ——按表 1 分取的试液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——试液总体积,单位为毫升(mL)。

8 精密度

8.1 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)按以下数据采用线

性内插法求得。

铬的质量分数/%:	0.000 50	0.005 3	0.070	0.500
重复性限 r /%:	0.000 17	0.000 70	0.004 5	0.024

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不大于表 2 所列允许差。

表 2

铬的质量分数/%	允许差/%
0.000 1~0.000 2	0.000 05
>0.000 2~0.000 4	0.000 1
>0.000 4~0.000 7	0.000 2
>0.000 7~0.001 0	0.000 3
>0.001 0~0.003 0	0.000 4
>0.003 0~0.007 0	0.000 7
>0.007 0~0.010	0.000 8
>0.010~0.030	0.002
>0.030~0.070	0.005
>0.070~0.10	0.008
>0.10~0.30	0.010
>0.30~0.60	0.025

9 质量保证与控制

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。

方法二: 火焰原子吸收光谱法

10 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:0.010%~0.60%。

11 方法提要

试样用盐酸和过氧化氢溶解,于原子吸收光谱仪波长 357.9 nm 处,以一氧化二氮-乙炔(或空气-乙炔)富燃性火焰测量铬的吸光度。

12 试剂

12.1 高纯铝 [$w(\text{Al}) \geq 99.99\%$, 不含铬]。

12.2 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

12.3 氢氟酸($\rho 1.14 \text{ g/mL}$)。

12.4 过氧化氢($\rho 1.10 \text{ g/mL}$)。

12.5 盐酸(1+1)。

12.6 硫酸(1+1)。

12.7 铝基体溶液(20 g/L):称取 20.00 g 经酸洗的高纯铝(12.1),置于 1 000 mL 烧杯中,盖上表皿。分次加入总量为 600 mL 的盐酸(12.5),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(12.4),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。

12.8 氯化镧溶液:称取 100 g 氧化镧,置于 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 盐酸(ρ 1.19 g/mL)溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

12.9 铬标准溶液:称取 1.414 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 400 mL 烧杯中,盖上表皿。用 20 mL 水和 10 mL 盐酸(12.5)溶解。滴加 10 mL 过氧化氢(12.4),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 0.5 mg 铬。

12.10 铬标准溶液:移取 25.00 mL 铬标准溶液(12.9)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。

13 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 0.1 μ g/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。

14 试样

将试样加工成厚度不大于 1 mm 的碎屑。

15 分析步骤

15.1 试料

称取 1.00 g 试样,精确至 0.000 1 g。

15.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

15.3 空白试验

称取 1.00 g 高纯铝(12.1)代替试料(15.1)随同试料做空白试验。

15.4 测定

15.4.1 将试料(15.1)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(12.5),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(12.4),煮沸数分钟以分解过量的过氧化氢,冷却。

15.4.2 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(12.6)和 5 mL 氢氟酸(12.3),并滴加硝酸(12.2)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(12.5)溶解残渣(必要时过滤)。将此试液合并于原滤液中。

15.4.3 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(15.4.1)或处理不溶物后合并的溶液移入 100 mL

容量瓶中[若用空气-乙炔火焰测定并认为必需时,加入 5 mL 氯化镧溶液(12.8)],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溶液移入 100 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。分取 10.00 mL 此试液于 100 mL 容量瓶中,加入 45.00 mL 铝基体溶液(12.7) [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(12.8)],以水稀释至刻度,混匀。

15.4.4 将随同试料所做的空白试验溶液(15.3)及根据试料中铬的质量分数而制备的试液(15.4.3)于原子吸收光谱仪波长 357.9nm 处,用一氧化二氮-乙炔(或空气-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(15.3)溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的铬浓度。

15.5 工作曲线的绘制

15.5.1 系列标准溶液的制备

移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、20.00 mL 铬标准溶液(12.10)和 2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 铬标准溶液(12.9),分别置于 9 个 100 mL 容量瓶中,各加入 50.00 mL 铝基体溶液(12.7)[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(12.8)]。以水稀释至刻度,混匀。

15.5.2 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。

16 分析结果的计算

按式(2)计算铬的质量分数(%):

$$w(\text{Cr}) = \frac{c \times V \times R \times 10^{-3}}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

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);

m_0 ——试料的质量,单位为克(g);

R ——稀释系数,15.4.3 中两种情况的 R 值分别为 1 和 10。

17 精密度

17.1 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)按以下数据采用线性内插法求得。

铬的质量分数/%:	0.069	0.200	0.500
重复性限 r /%:	0.004 2	0.009 7	0.023

17.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3

铬的质量分数/%	允许差/%
0.010~0.025	0.002 5
>0.025~0.050	0.004 0
>0.050~0.075	0.006 0
>0.075~0.10	0.008 0
>0.10~0.25	0.010
>0.25~0.60	0.025

18 质量保证与控制

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。

附 录 A
(资料性附录)

本部分章条编号与 ISO 3978:1976、ISO 4193:1981 章条编号对照

表 A.1 给出了本部分方法一章条编号与 ISO 3978:1976 章条编号对照一览表,表 A.2 给出了本部分方法二章条编号与 ISO 4193:1981 章条编号对照一览表。

表 A.1 方法一章条编号与 ISO 3978:1976 章条编号对照

本部分章条编号	ISO 3978:1976 章条编号
1	1、2
2	3
3	4
3.1	4.1
3.2	4.2
3.3、3.6	4.5
3.4	4.4
3.5	4.3
3.7	4.6
3.8	4.7
3.9	4.8
3.10	4.9
3.11	4.10
3.12	4.11
3.13	4.12
3.14、3.15	4.13
3.16	4.14
4	5.1
5	6.1、6.2
6.1	7.1
6.2	—
6.3	7.2
6.4.1	7.3.1
6.4.2	7.3.2
6.4.3	7.3.3
6.4.4	7.3.4
6.4.5	7.3.5
6.4.6	7.3.6
6.5.1、6.5.2	7.4.1

表 A.1 (续)

本部分章条编号	ISO 3978:1976 章条编号
6.5.3	7.4.2
7	8
8.1	—
8.2	—
9	—
—	9

表 A.2 方法二章条编号与 ISO 4193:1981 章条编号对照

本部分章条编号	ISO 4193:1981 章条编号
10	1
11	12
12.1	3.1
12.2	3.6
12.3	3.5
12.4	3.3
12.5	3.2
12.6	3.4
12.7	3.7
12.8	3.10
12.9	3.8
12.10	3.9
13	4.1、4.2、4.3、4.4、4.5、4.6
14	5.1、5.2
15.1	6.1
15.2	—
15.3	6.3.2
15.4.1、15.4.2	6.3.1
15.4.3	6.3.1.1、6.3.1.2
15.4.4	6.3.3
15.5.1	6.2.1
15.5.2	6.2.2
16	7
17.1	—
17.2	—
18	—
—	8

附 录 B
(资料性附录)

本部分方法一与 ISO 3978:1976 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本部分方法一与 ISO 3978:1976 的技术性差异及其原因一览表。

表 B.1 方法一与 ISO 3978:1976 技术性差异及其原因一览表

本部分的 章条编号	技术性差异	原 因
1	测定范围由 0.002%~0.60% 扩充为 0.000 1%~0.60%	方法可满足要求,为了适应高纯产品的 生产要求
3.13、 3.14、 6.4.1	将“溶液加热至冒三氧化硫白烟后继续加热 10 min”改为“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,继续加热至冒三氧化硫白烟”	用水吹洗摇匀后继续加热至冒烟,赶走盐酸、硝酸,避免硫酸冒烟时间过长致使试液 溅出
6.1	由固定称取 1 g 试样改为按铬质量分数不同选择称取 1.00 g、0.40 g、0.10 g(见表 1)	更便于操作。
6.4.1	由变化试液最终体积改为固定试液体积为 100 mL	与称样量及系列标准溶液范围相匹配
6.4.4	增加了铬质量分数在 0.000 1%~0.005% 时的反萃取内容	与测定范围匹配
6.4.5	增加了铬质量分数在 0.000 1%~0.005% 时的显色内容	与测定范围匹配
6.5.1	增加了铬质量分数在 0.000 1%~0.005% 时系列标准溶液的 制备	与测定范围匹配
7	简化了公式	表达简洁
—	删除了试验报告相关内容的要求	我国标准文本中不列此项
8.1	增加了重复性条款的要求	此内容属规范性内容,适应我国标准版式
8.2	增加了允许差值	便于实验室间检测结果的判定
9	增加了质量保证与控制条款	适应我国标准版式要求

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铝及铝合金化学分析方法
第 18 部分：铬含量的测定
GB/T 20975.18—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码：100045

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 23 千字
2008 年 6 月第一版 2008 年 6 月第一次印刷

*

书号：155066·1-31669

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话：(010)68533533



GB/T 20975.18-2008