

DB34

安徽省地方标准

DB 34/T 3086—2018

钢板涂层中六价铬含量的测定 分光光度法

Determination of chromium(VI) content in steel sheet coatings— Spectrophotometry

(ISO 3613: 2010, Metallic and other inorganic coatings - Chromate conversion coatings on zinc, cadmium, aluminium-zinc alloys and zinc-aluminium alloys - Test methods, MOD)

2018 - 04 - 16 发布

2018 - 05 - 16 实施

安徽省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 3613:2010《锌、锡、铝-锌合金和锌-铝合金的铬酸盐转化膜 试验方法》编制，与 ISO 3613:2010 的一致性程度为修改。

本标准根据 ISO 3613:2010，进行了重新起草，并作如下修改：

- 本标准引用 ISO 3613:2010 标准的第 3 章、第 5.6 条和第 6 章；
- 增加了引用标准“GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法”，删除了原引用标准；
- 增加了“测量范围 0.05 $\mu\text{g}/\text{cm}^2\sim 10.00 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ ”；
- 增加了“原理”；
- 增加了“精密度”。

本标准由安徽省钢铁产品标准化技术委员会提出。

本标准由安徽省钢铁产品标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：国家钢铁及制品质量监督检验中心。

本标准主要起草人：黄飞、姚成虎、卢丹、张晓丽、甘正斌、张久峰、汝阳、夏滔。

钢板涂层中六价铬含量的测定 分光光度法

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，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了分光光度法测定钢板涂层中六价铬含量。

本标准适用于钢板表面用化学或者电化学方法产生的涂层中六价铬含量的测定。

本标准测量范围 $0.05 \mu\text{g}/\text{cm}^2 \sim 10.00 \mu\text{g}/\text{cm}^2$ 。

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，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，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

3 原理

用沸水将样品中的六价铬萃取，在酸性条件下，强氧化性的六价铬与二苯碳酰二肼反应生成紫红色络合物，在波长 540 nm 条件下测定其吸光度。

4 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂，试验用水符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 二苯碳酰二肼溶液（DPCI 溶液）， 5 g/L 。

——称取 0.5 g 二苯碳酰二肼溶于 50 mL 丙酮中，在搅拌下缓慢用 50 mL 水稀释（快速混合会产生二苯碳酰二肼沉淀）。在棕色玻璃瓶中冷藏，使溶液稳定。

4.2 硫酸， ρ 约 1.84 g/mL ，稀释为 $1+3$ 。

4.3 重铬酸钾（ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ）储备液， 4.9 g/L 。

——称取 4.9 g （精确至 0.0001 g ）基准重铬酸钾（预先经 $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$ 烘干 2 h 后，置于干燥器中，冷却至室温）溶于水后，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.4 重铬酸钾（ $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ）标准溶液， 0.0098 g/L 。

——移取 2.00 mL 重铬酸钾储备液（4.3）置于 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.5 磷酸盐缓冲溶液

——称取 55 g 一水合磷酸二氢钠（ $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）于 100 mL 水中。

5 仪器与设备

5.1 分光光度计

5.2 分析天平，感量为 0.1 mg

6 分析步骤

6.1 标准曲线的绘制

6.1.1 分别在 5 个 250 mL 容量瓶中准确移取 0 mL（空白溶液）、10.0 mL、20.0 mL、30.0 mL 和 40.0 mL 重铬酸钾标准溶液（4.4）；依次向每一瓶中加入 100 mL 水和 3 mL 的硫酸溶液（4.2），再加入 3 mL DPCI 溶液（4.1），混合均匀 2 min 后，加入 25 mL 磷酸盐缓冲溶液（4.5），稀释至刻度，摇匀备用。

6.1.2 采用 10 mm 比色皿，以空白液为参比，在 540 nm 处，用紫外可见分光光度计测定其吸光度。要求在添加 DPCI 溶液（4.1）后 25 min 内完成吸光度的测定。以铬质量（每 250 mL 溶液中的含量，以 μg 计）为横坐标，以测得的吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

6.2 测定

6.2.1 从试样上截取表面积约为 50 cm^2 的两个样品，分别放在盛有 50 mL 微沸的蒸馏水的适当容器中，使试样完全浸没，盖上透明的表面皿，在微沸的条件下，保持浸入时间为 10 min；取出试样，冷却至室温，在容器上方用 10 mL~15 mL 蒸馏水淋洗两次，全部转移至 250 mL 容量瓶中，先后加入 3 mL 硫酸溶液（4.2）、3 mL DPCI 溶液（4.1），混匀，2 min 后加入 25 mL 磷酸盐缓冲溶液（4.5），稀释至刻度，摇匀备用。随同试样做空白试验。

6.2.2 采用 10 mm 比色皿，以空白液为参比，在 540 nm 处，用分光光度计测定其吸光度。应在加入 DPCI 溶液（4.1）后的 25 min 内完成测定。减去空白溶液的吸光度后从标准曲线上查出相应的铬含量（以 μg 计）。

注：如果测得的铬含量小于 $10\ \mu\text{g}$ ，应使用更大面积（ 75 cm^2 或 100 cm^2 ）的样品重新进行测定；如果萃取液的吸光度超出标准曲线最高浓度点的吸光度，应对萃取液适当稀释后重新测定。

7 分析结果的计算

计算试样中六价铬的含量 $w_{\text{Cr}^{6+}}$ ，检测结果保留两位有效数字，以 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ 表示。见公式（1）

$$w_{\text{Cr}^{6+}} = \frac{m}{A} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m —— 从标准曲线上查得的铬含量， μg ；

A —— 试样上涂层的总表面积， cm^2 。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

9 报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 测定的参考标准；
 - b) 测定方法的详细信息，包括使用的测试溶液；
 - c) 使用样品的数量；
 - d) 测定的结果，包括单次测量和平均值；
 - e) 与标准测试是否存在偏差。
-