



中华人民共和国国家标准

GB/T 20255.5—2006

硬质合金化学分析方法 铬量的测定 火焰原子吸收光谱法

**Methods for chemical analysis of hardmetals—
Determination of chromium content—
Flame atomic absorption spectrometric method**

(ISO 7627/6:1985, Hardmetals—Chemical analysis by
flame atomic absorption spectrometry—
Part 6: Determination of chromium in contents
from 0.01% to 2% (*m/m*), MOD)

2006-05-08 发布

2006-10-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
硬 质 合 金 化 学 分 析 方 法
铬 量 的 测 定
火 焰 原 子 吸 收 光 谱 法
GB/T 20255.5—2006

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版 发 行
北 京 西 城 区 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码 : 100045

<http://www.spc.net.cn>
电 话 : (010)51299090、68522006
2006 年 9 月 第 一 版

*

书 号 : 155066 · 1-28070

版 权 专 有 侵 权 必 究
举 报 电 话 : (010)68522006

前 言

GB/T 20255—2006 分为 5 个部分,本部分为第 5 部分。

本部分修改采用 ISO 7627/6:1985《硬质合金——火焰原子吸收光谱法化学分析——第六部分:质量分数为 0.01%~2%的铬量的测定》,在技术内容上与该国际标准等同,在文本结构上对该国际标准修改,差异见附录 A。

本部分的附录 A 为资料性附录。

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。

本部分由株洲硬质合金集团有限公司负责起草。

本部分由北京有色金属研究总院起草。

本部分主要起草人:刘英、童坚。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

硬质合金化学分析方法

铬量的测定

火焰原子吸收光谱法

1 范围

本部分规定了火焰原子吸收光谱法对铌、钽、钛、钨、钒的碳化物,上述碳化物与粘结金属的混合物以及硬质合金中(包括除去涂层的涂层硬质合金)铬量的测定方法。

本部分适用于铌、钽、钛、钨、钒的碳化物,上述碳化物与粘结金属的混合物以及硬质合金中铬量的测定。测定范围:0.01%~2%。

2 方法原理

试料用焦硫酸钾、高氯酸溶解,在选定的仪器工作条件下,于原子吸收光谱仪上测定铬量。

3 试剂

3.1 焦硫酸钾。

3.2 高氯酸(ρ 1.54 或 1.67 g/mL),优级纯。

3.3 氨水(ρ 0.91 g/mL),优级纯。

3.4 柠檬酸铵溶液:溶解 100 g 柠檬酸于 1 500 mL 水中,加入 400 mL 氨水(3.3)。

3.5 过氧化氢(30%),优级纯。

3.6 盐酸(1+1)。

3.7 铬标准贮存溶液:称取 2.828 0 g 经 140℃ 烘干的重铬酸钾(基准物),置于 250 mL 烧杯中,加入 40 mL 水和 20 mL 盐酸(3.6),盖上表皿,至完全溶解。滴加 20 mL 过氧化氢(3.5)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 聚丙烯容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.000 mg 铬。

3.8 铬标准溶液:移取 10.00 mL 铬标准贮存溶液(3.7)于 100 mL 聚丙烯容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.100 0 mg 铬。

3.9 基体:与试样组成相似,且不含被测元素或含量极微。

4 仪器

4.1 原子吸收光谱仪:带有一氧化二氮-乙炔火焰燃烧器,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:

——特征质量浓度:在与测量溶液的基体相一致的溶液中,铬的特征质量浓度应不大于 0.04 μ g/mL;

——精密密度: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 1.5%;用最低浓度的标准溶液(不是“零”浓度标准溶液)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 5 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。

4.2 石英烧杯:100 mL。