



中华人民共和国国家标准

GB/T 28019—2011

饰品 六价铬的测定 二苯碳酰二肼分光光度法

Adornment—Determination of Chromium (VI)—
1,5-Diphenylcarbohydrazide spectrophotometric method

2011-10-31 发布

2012-02-01 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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国首饰标准化技术委员会(SAC/TC 256)归口。

本标准起草单位:国家首饰质量监督检验中心。

本标准主要起草人:李素青、李玉鹏、李武军。



饰品 六价铬的测定

二苯碳酰二肼分光光度法

1 范围

本标准规定了饰品中六价铬的二苯碳酰二肼分光光度测定方法。

本标准适用于饰品中六价铬的测定。

2 方法原理

将样品中水溶性和非水溶性的六价铬化合物采用碱性浸提液浸取出来,浸出液中的六价铬在酸性溶液中与二苯碳酰二肼反应生成紫红色络合物,在波长 540 nm 处进行分光光度法测定。

3 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 硝酸,优级纯。

3.2 硫酸,优级纯。

3.3 氢氧化钠。

3.4 无水碳酸钠。

3.5 磷酸氢二钾。

3.6 磷酸二氢钾。

3.7 重铬酸钾,基准物质。

3.8 二苯碳酰二肼。

3.9 丙酮。

3.10 硫酸溶液(1+9)。

3.11 硝酸溶液, $c(\text{HNO}_3)=5\text{ mol/L}$,量取 31 mL 硝酸(3.1)加到 69 mL 水中,不应使用有棕色烟雾的硝酸来配制。

3.12 浸提液,称取 20.0 g 氢氧化钠(3.3)和 30.0 g 无水碳酸钠(3.4),用水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀,转移至塑料瓶中保存。

3.13 缓冲液,溶解 87.09 g 磷酸氢二钾(3.5)和 68.04 g 磷酸二氢钾(3.6)于水中,移入 1 000 mL 容量瓶中并用水稀释至刻度(此缓冲液 $\text{pH}=7$)。

3.14 六价铬标准储备液, $c[\text{Cr(VI)}]=100.0\text{ mg/L}$,准确称取于 120 °C 下烘干 2 h 后的重铬酸钾(3.7) 0.282 8 g,用水溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.15 六价铬标准溶液, $c[\text{Cr(VI)}]=5.0\text{ mg/L}$,吸取 5.0 mL 六价铬标准储备液(3.14)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。用时现配。

3.16 二苯碳酰二肼(DPC)溶液,称取 0.5 g 二苯碳酰二肼(3.8)溶于 100 mL 丙酮(3.9)中,保存在棕色瓶中。溶液褪色时,应重新配制。

4 设备

常用实验室仪器和以下各项。

- 4.1 分光光度计,波长 420 nm~700 nm。
- 4.2 振荡水浴锅。
- 4.3 酸度计,精度为 0.02 pH 单位。
- 4.4 分析天平,感量 0.1 mg,精度等级二级。
- 4.5 破碎设备,电锯、研磨机、金属切割机等。

5 分析步骤

5.1 样品制备

5.1.1 金属材质

将样品处理成直径不超过 1 mm,长度不超过 5 mm 的碎屑或细条。

5.1.2 其他材质

用电锯、研磨机等破碎设备将样品研磨成粒径不超过 1 mm 的粉末样。

5.2 样品浸提

准确称取经过处理的样品 0.3 g~1.0 g 两份,精确至 0.1 mg,置于锥形瓶中,加入 25.0 mL 浸提液(3.12)和 0.5 mL 缓冲液(3.13),浸提液应完全浸没样品,充分摇匀,在 90 °C~95 °C 水浴[或振荡水浴锅(4.2)]中连续搅拌 1.5 h。取出,冷却至室温,过滤,用水洗涤锥形瓶和样品,将滤液和洗涤液收集到烧杯中。滴加 5 mol/L 硝酸溶液(3.11),用酸度计(4.3)测试控制溶液 pH 值在 7.5 ± 0.5 。如果出现絮状沉淀,应再过滤,留取滤液。同时做试剂空白试验。

5.3 显色

加 2.0 mL 二苯碳酰二肼(DPC)溶液(3.16)到滤液(5.2)中,混匀,滴加硫酸溶液(3.10),使滤液 pH 值达到 2 ± 0.5 ,然后将滤液全部转移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。摇匀,放置 0.5 h。

5.4 校准溶液

分别吸取 0.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL 六价铬标准溶液(3.15)至 100 mL 容量瓶中,加水 50 mL,加 2.0 mL 二苯碳酰二肼(DPC)溶液(3.16),混匀,滴加 2 滴硫酸溶液(3.10),使滤液 pH 值达到 2 ± 0.5 ,用水稀释至刻度。摇匀,放置 0.5 h。

此校准溶液系列含六价铬浓度分别为 0.0 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.3 mg/L、0.4 mg/L、0.5 mg/L。

校准溶液和浸出液的显色反应应同时进行。

5.5 测定

用 1 cm 吸收池,在吸收波长 540 nm 处用紫外可见分光光度计(4.1)测量校准溶液的吸光度值,以吸光度值对应浓度值绘制校准曲线。

在同样条件下读取样品浸出液的吸光度,根据校准曲线计算浸出液中六价铬的浓度。如果浸出液

的吸光度超出校准曲线最高浓度点的吸光度,则应对浸出液进行适当稀释后再测定。

显色后的溶液应在当日测定完毕。

6 结果的表示

样品中六价铬含量以质量分数 w 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(c_1 - c_0)VN}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w ——样品中六价铬含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_1 ——浸出液六价铬浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——空白溶液六价铬浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——浸出液定容体积,单位为毫升(mL);

N ——浸出液稀释倍数;

m ——样品称量质量,单位为克(g)。

计算结果表示到个位。

7 试验报告

试验报告应至少包括以下信息:

——样品的识别:包括样品来源、接收日期和形状;

——使用的标准(包括发布或出版年号);

——使用的方法;

——样品六价铬含量,包括单个样品的值及平均值,按第6章的规定计算;

——如有必要,与此标准方法规定的分析步骤的差异;

——测试过程中任何异常情况的记录;

——测试日期;

——完成分析的实验室签章;

——实验室负责人及操作人员的签名。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饰品 六价格的测定
二苯碳酰二肼分光光度法
GB/T 28019—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
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 0.5 字数 7 千字
2012年2月第一版 2012年2月第一次印刷

*

书号: 155066·1-44147 定价 14.00 元



GB/T 28019-2011

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)68510107