

ICS 73.080  
D 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.23—2010  
代替 GB/T 14506.23—1993

GB/T 14506.23—2010

## 硅酸盐岩石化学分析方法 第 23 部分：铬量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—  
Part 23: Determination of chromium content

中华人民共和国  
国家标准  
硅酸盐岩石化学分析方法  
第 23 部分：铬量测定  
GB/T 14506.23—2010

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](http://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

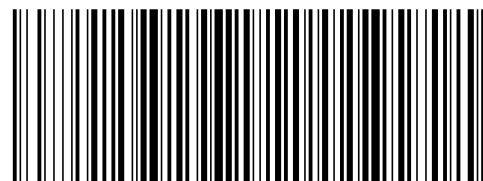
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字  
2010 年 12 月第一版 2010 年 12 月第一次印刷

书号：155066·1-40967 定价 16.00 元

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 14506.23—2010

2010-11-10 发布

2011-02-01 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

$V$ ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料量,单位为克(g)。

注:由于标准系列中已加入与试料量相当的试料空白溶液,计算结果时不再减相应的空白。

分析结果以  $x.x \mu\text{g/g}$ 、 $xx.x \mu\text{g/g}$ 、 $xxx \mu\text{g/g}$  表示。

#### 4.8 精密度

氨水-氯化铵- $\alpha$ , $\alpha'$ 联吡啶-亚硝酸钠-亚硫酸钠底液极谱法测定硅酸盐岩石中铬量结果的精密度见表3。

表3 精密度

单位为微克每克

成分	水平范围 $m$	重复性限 $r$	再现性限 $R$
Cr	10.0~137	$r=0.488m^{0.80}$	$R=3.632+0.206m$

注:本精密度数据是由6个实验室对9个水平的试料进行实验确定的。

## 前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下30部分组成:

- 第1部分:吸附水量测定;
- 第2部分:化合水量测定;
- 第3部分:二氧化硅量测定;
- 第4部分:三氧化二铝量测定;
- 第5部分:总铁量测定;
- 第6部分:氧化钙量测定;
- 第7部分:氧化镁量测定;
- 第8部分:二氧化钛量测定;
- 第9部分:五氧化二磷量测定;
- 第10部分:氧化锰量测定;
- 第11部分:氧化钾和氧化钠量测定;
- 第12部分:氟量测定;
- 第13部分:硫量测定;
- 第14部分:氧化亚铁量测定;
- 第15部分:锂量测定;
- 第16部分:铷量测定;
- 第17部分:铯量测定;
- 第18部分:铜量测定;
- 第19部分:铅量测定;
- 第20部分:锌量测定;
- 第21部分:镍和钴量测定;
- 第22部分:钒量测定;
- 第23部分:铬量测定;
- 第24部分:镉量测定;
- 第25部分:钼和钨量测定;
- 第26部分:钽量测定;
- 第27部分:铈量测定;
- 第28部分:16个主次成分量测定;
- 第29部分:稀土等22个元素量测定;
- 第30部分:44个元素量测定。

本部分为GB/T 14506的第23部分。

本部分代替GB/T 14506.23—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 铬的测定》。

本部分与GB/T 14506.23—1993相比主要变化如下:

- 增加了规范性引用文件;
- 增加了警示、警告内容;
- 将称取试料量和分取溶液改为列表表示。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分主要起草人：王苏明、颜茂弘。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.23—1993。

终以干态计算结果。

#### 4.5 分析步骤

##### 4.5.1 测定数量

同一试料，一般应进行双份测定，或按一定比例进行双份测定。

##### 4.5.2 试料量

称取 0.5 g 试料，精确至 0.1 mg。

注：铬含量大于 60 μg/g 时，称取 0.2 g 试料。

##### 4.5.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验，所用试剂应取自同一试剂瓶，加入同等的量。

##### 4.5.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

##### 4.5.5 测定

###### 4.5.5.1 试料的分解

将试料(4.5.2)置于石墨坩埚中，加入 3 g 过氧化钠(4.2.1)，搅匀，再覆盖约 1 g 过氧化钠(4.2.1)，加盖，放入高温炉中，升温至 700 ℃，保持 10 min，取出，稍冷却。

###### 4.5.5.2 定容

将坩埚及盖置于 200 mL 烧杯中，加入 70 mL 沸水及 0.5 mL 无水乙醇(4.2.2)，盖上表面皿，立即置于小电炉上煮沸后再移置于高温电热板上，保持沸腾状态约 10 min 以赶尽过氧化氢(注意：防止飞溅)，取下，用水吹洗表面皿，并洗出坩埚及盖，冷却后，用水移入 100 mL 容量瓶中，并稀释至刻度，摇匀。放置澄清。

注：试料用碱熔分解，水提取，许多金属元素如铁、钛、铜、镍、钴等生成沉淀而与铬分离。

###### 4.5.5.3 分取溶液

分取 2.0 mL 或 5.0 mL 上层清液(或干过滤的滤液)，置于 25 mL 容量瓶中，加入 1 mL 氟化钾溶液(4.2.4)及 1 滴酚酞指示剂(4.2.8)，用盐酸(4.2.3)中和至红色消失，加水至 15 mL 左右，冷却，加入 5 mL 混合底液(4.2.6)和 1 mL 聚乙烯醇溶液(4.2.5)，用水稀释至刻度，摇匀。放置半小时。

注：底液中各组成的浓度(包括由中和生成的氯化钠)不同程度影响铬的峰高，配制成混合底液后一次加入，能使操作误差降至最小。

###### 4.5.5.4 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL、7.00 mL、8.00 mL 铬标准溶液[4.2.7c]，置于一系列 25 mL 容量瓶中，加入 2.0 mL 或 5.0 mL[与(4.5.5.3)分取体积相一致]空白试验溶液(4.5.3)。

###### 4.5.5.5 极谱测定

将部分溶液倾入电解池中，在示波极谱仪上，起始电位为 -1.20 V，用导数部分进行测定。同时进行校准溶液系列的极谱测定。

#### 4.6 校准曲线绘制

以铬量为横坐标，峰高为纵坐标，绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的铬量。

#### 4.7 结果计算

计算结果以质量分数  $w(\text{Cr})$  计，数值以 μg/g 表示，按式(2)计算铬量：

$$w(\text{Cr}) = \frac{m_1 V}{m V_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$m_1$ ——从校准曲线上查得试料溶液的铬量，单位为微克(μg)；

$V_1$ ——分取试料溶液体积，单位为毫升(mL)；