

中华人民共和国国家标准

UDC 669.245-492.2
:543.062

镍基合金粉化学分析方法 过硫酸铵氧化滴定法测定铬量

GB 8638.4—88

Nikel base alloy powder— Determination of chromium content
— Persulfate oxidation titrimetric method

本标准适用于镍基合金粉末中铬量的测定。测定范围:2.00%~30.00%。
本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用酸溶解,在硫酸-磷酸介质中,以硝酸银为催化剂,用过硫酸铵将铬氧化成六价,用硫酸亚铁铵溶液滴定铬量。

2 试剂

- 2.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。
- 2.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 2.3 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。
- 2.4 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。
- 2.5 磷酸(ρ 1.67 g/mL)。
- 2.6 过硫酸铵溶液(25%):用时现配。
- 2.7 硫酸锰溶液(0.5%)。
- 2.8 氯化钠溶液(5%)。
- 2.9 二苯胺磺酸钠溶液(0.2%)。
- 2.10 N-苯代邻氨基苯甲酸溶液(0.2%):称取 0.2 g N-苯代邻氨基苯甲酸溶于 100 mL 碳酸钠水溶液中(含碳酸钠 0.2 g),加热溶解。
- 2.11 硝酸银溶液(1%):称取 1 g 硝酸银溶于水中,加数滴硝酸并用水稀释至 100 mL,混匀,贮存于棕色瓶中。
- 2.12 重铬酸钾标准溶液:称取 5.658 2 g 基准重铬酸钾(预先经 105℃ 烘干 1 h,置于干燥器中,冷却至室温)置于 300 mL 烧杯中,用水溶解,移入 2 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 铬。
- 2.13 硫酸亚铁铵标准溶液:
 - 2.13.1 配制:称取 10 g 硫酸亚铁铵,用硫酸(5+95)溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶,用硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。(此溶液使用时需用与称取试样含铬量相近似的重铬酸钾标准溶液进行标定)。
 - 2.13.2 标定:移取与称取试样含铬量相近似的重铬酸钾标准溶液(2.12)三份分别置于 500 mL 烧杯中,加 4 mL 磷酸(2.5)、30 mL 硫酸(1+1),用水稀释至 200 mL。用硫酸亚铁铵标准溶液(2.13)滴定至溶液呈淡黄色,加 3 滴 N-苯代邻氨基苯甲酸溶液(2.10),继续滴定至溶液由玫瑰红色变为亮绿色为终点。三份铬标准溶液所消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积的差值不超过 0.05 mL,取其平均值。

按式(1)计算硫酸亚铁铵标准溶液对铬的滴定度:

$$T = \frac{V_0 \cdot c}{V_1} \times 10^{-3} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: T ——硫酸亚铁铵标准溶液对铬的滴定度, g/mL;

c ——重铬酸钾标准溶液的浓度, mg/mL;

V_1 ——滴定所消耗硫酸亚铁铵溶液的体积, mL。

3 分析步骤

3.1 测定次数

平行测定两次, 取其平均值。

3.2 试样量

称取 0.200 0~0.500 0 g 试样。

3.3 测定

3.3.1 将试样(3.2)置于 500 mL 烧杯中, 加 15 mL 盐酸(2.1)、2 mL 硝酸(2.2), 低温加热〔难溶试样可滴加氢氟酸(2.3)助溶〕溶解。加 4 mL 磷酸(2.5)(含钨高的试样加 6mL)、8mL 硫酸(2.4), 蒸发至冒硫酸烟, 滴加硝酸(2.2)氧化直至碳化物完全破坏为止, 并继续蒸发至冒硫酸烟, 冷却。

3.3.2 加水至约 100 mL, 低温加热使盐类溶解, 用水稀释至 200 mL 左右, 加入 5 mL 硝酸银溶液(2.11), 20 mL 过硫酸铵溶液(2.6), 煮沸至铬全部被氧化〔有高锰酸的红色出现, 表示铬已被全部氧化, 如样品中锰量过低可加入 1 滴硫酸锰溶液(2.7)氧化, 加入玻璃珠, 以防止溶液过热溅溢〕。继续煮沸 5 min, 加入 5 mL 氯化钠溶液(2.8), 煮沸至红色消失〔如红色不消失, 需再补加氯化钠溶液(2.8)〕, 继续煮沸 8~10 min, 使氯化银沉淀凝聚下沉, 以流水冷却至室温。

3.3.3 用硫酸亚铁铵标准溶液(2.13)滴定至溶液呈淡黄色, 加 3 滴 N-苯代邻氨基苯甲酸溶液(2.10)〔含钨试样, 再加 2 滴二苯胺磺酸钠(2.9)〕, 继续滴定至溶液由玫瑰红色转变为亮绿色为终点。

4 分析结果的计算

按式(2)计算铬的百分含量:

$$\text{Cr}(\%) = \frac{T \cdot V_2}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: T ——硫酸亚铁铵标准溶液对铬的滴定度, g/mL;

V_2 ——滴定所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积, mL;

m_0 ——称样量, g;

注: 含钒时, 计算结果须进行校正, 1% 的钒量相当于 0.34% 的铬量。

5 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1

%

含 铬 量	允 许 差
2.00~5.00	0.08
>5.00~10.00	0.14
>10.00~15.00	0.20
>15.00~20.00	0.25
>20.00~30.00	0.30

附加说明：

本标准由冶金工业部钢铁研究总院负责起草。

本标准由冶金工业部钢铁研究总院起草。

本标准主要起草人杨秋萍、郑广贺。