

中华人民共和国国家标准

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 硫酸亚铁铵滴定法测定铬量(不含钒)

GB/T 4698.11—1996

Sponge titanium, titanium and titanium alloys
—Determination of chromium content in the absence of
Vanadium—Ammonium ferrous sulfate titration method

代替 GB 4698.11—84

1 主题内容与适用范围

本标准规定了不含钒的钛合金中铬含量的测定方法。

本标准适用于不含钒的钛合金中铬含量的测定。测定范围:0.30%~12.00%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

试料用硫酸溶解,在硫酸介质中以硝酸银作催化剂,用过硫酸铵将铬氧化到高价,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定铬,从而求得铬的含量。

4 试剂

4.1 硝酸(ρ 1.42 g/ml)。

4.2 硫酸(1+1)。

4.3 硫酸锰溶液(50 g/L)。

4.4 硝酸银溶液(10 g/L)。

4.5 过硫酸铵溶液(250 g/L)。

4.6 氯化钠溶液(100 g/L)。

4.7 铬标准溶液:称取 2.829 g 经 105℃ 烘干 1 h 并冷却至室温的重铬酸钾(基准试剂)于 500 ml 烧杯中,加入约 100 ml 水使其溶解,移入 1 000 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 ml 含 1 mg 铬。

4.8 硫酸亚铁铵标准滴定溶液 [$c(\text{Fe}^{2+})=0.025 \text{ mol/L}$]。

4.8.1 配制:称取 10 g 硫酸亚铁铵 [$\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] 于 500 ml 烧杯中,加入 200 ml 硫酸(4.2)使其溶解,移入 1 000 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.8.2 标定:移取三份各 10.00 ml 铬标准溶液(4.7),分别置于三个 500 ml 锥形瓶中,各加入 25 ml 硫酸(4.2),以下按 5.2.2~5.2.4 条进行。平行标定所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.8)体积的极差不大于 0.10 ml,取其平均值。

按公式(1)计算硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.8)的实际浓度:

$$c = \frac{m_1}{V_1 \times 0.01733} \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.8)的实际浓度, mol/L;

m_1 ——铬的质量, g;

V_1 ——平行滴定所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.8)的体积平均值, ml;

0.01733——与1.00 ml 硫酸亚铁铵标准滴定溶液 [$c(\text{Fe}^{2+}) = 1.000 \text{ mol/L}$]相当的, 以克表示的铬的质量。

4.9 *N*-苯基邻氨基苯甲酸溶液(2 g/L): 称取0.2 g *N*-苯基邻氨基苯甲酸溶解于100 ml 碳酸钠溶液(2 g/L)中。

5 分析步骤

5.1 试料

按表1称取试样, 精确至0.0001 g。

表1

铬含量, %	试料量, g
0.30~3.00	0.5000
>3.00~8.00	0.2000
>8.00~12.00	0.1000

5.2 测定

5.2.1 将试料(5.1)置于500 ml 锥形瓶中, 加入25 ml 硫酸(4.2), 加热使试料溶解。滴加硝酸(4.1)至溶液紫色消失, 加热除去氮的氧化物, 冷却。

5.2.2 加水至约200 ml, 加入2滴硫酸锰溶液(4.3)、5 ml 硝酸银溶液(4.4)、10 ml 过硫酸铵溶液(4.5), 加热至溶液出现高锰酸的红色, 煮沸至冒大气泡。

5.2.3 取下, 加入5 ml 氯化钠溶液(4.6), 加热煮沸至溶液红色消失, 取下, 以流水冷却至室温。

5.2.4 加入10 ml 硫酸(4.2), 5滴 *N*-苯基邻氨基苯甲酸溶液(4.9), 用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.8)滴定至试液由桃红色恰变为黄绿色即为终点。

6 分析结果的计算与表述

按公式(2)计算铬的百分含量:

$$\text{Cr}(\%) = \frac{c \cdot V_2 \times 0.01733}{m_0} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中: c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.8)的实际浓度, mol/L;

V_2 ——滴定试液消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.8)的体积, ml;

m_0 ——试料的质量, g;

0.01733——与1.00 ml 硫酸亚铁铵标准滴定溶液 [$c(\text{Fe}^{2+}) = 1.000 \text{ mol/L}$]相当的, 以克表示的铬的质量。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

%

铬含量	允许差
0.30~0.80	0.05
>0.80~2.00	0.08
>2.00~4.00	0.15
>4.00~8.00	0.20
>8.00~12.00	0.25

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北有色金属研究院负责起草。

本标准由西北有色金属研究院起草。

本标准主要起草人王彦君、陈觉。