



中华人民共和国国家标准

GB/T 4702.1—1997

金属铬化学分析方法 硫酸亚铁铵容量法测定铬量

Methods for chemical analysis of chromium metal
The ammonium ferrous sulfate
volumetric method for the determination
of chromium content

1997-11-11 发布

1998-05-01 实施

国家技术监督局 发布

前 言

本标准等效采用 JIS G 1323—1978《金属铬化学分析方法 硫酸亚铁铵容量法测定铬量》。

本标准此次修定主要将原用高锰酸钾标准溶液回滴改用重铬酸钾标准溶液回滴测定铬量。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 4702.1—84。

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部信息标准研究院归口。

本标准由湖南铁合金厂起草。

本标准主要起草人:张玉兰、黄燕、赵以清。

本标准 1984 年 10 月 4 日首次发布。

中华人民共和国国家标准

金属铬化学分析方法 硫酸亚铁铵容量法测定铬量

GB/T 4702.1—1997

Methods for chemical analysis of chromium metal
The ammonium ferrous sulfate
volumetric method for the determination
of chromium content

代替 GB 4702.1—84

1 适用范围

本标准规定了硫酸亚铁铵容量法测定铬量。

本标准适用于金属铬中铬量的测定。适用范围：铬含量大于 97.00%。

2 方法提要

试样用磷酸分解。在磷酸、硫酸介质中，以硝酸银作催化剂，用过硫酸铵将铬氧化为六价，硫酸亚铁铵标准溶液还原铬，重铬酸钾标准溶液进行回滴。

3 试剂

- 3.1 磷酸(ρ 1.69 g/mL)。
- 3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- 3.3 硫酸(1+1)。
- 3.4 硫酸(1+4)。
- 3.5 盐酸(1+3)。
- 3.6 硝酸银溶液(5 g/L)。
- 3.7 硫酸锰溶液 100 g 硫酸锰($\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)，溶解于水后稀释至 1 000 mL，混匀。
- 3.8 高锰酸钾溶液(3 g/L)。
- 3.9 过硫酸铵溶液(200 g/L)。
- 3.10 二苯胺四磺酸钠溶液(5 g/L)。
- 3.11 重铬酸钾标准溶液($C(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.1000 \text{ mol/L}$)

称取 4.904 g 经 150℃~170℃干燥 2 h 的基准重铬酸钾置于 200 mL 烧杯中，以少量水溶解后，移至 1 000 mL 容量瓶中，用水多次洗涤烧杯内壁，洗涤液倾入容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。

3.12 硫酸亚铁铵标准溶液(0.1 mol/L)

称取 39.22 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 1 000 mL 硫酸(5+95)中，混匀。

标定：移取 25.00 mL 硫酸亚铁铵标准溶液置于 300 mL 烧杯中，加入 25 mL 水、5 mL 磷酸(3.1)，加入 5 滴二苯胺四磺酸钠指示剂(3.10)，用重铬酸钾标准溶液(3.11)滴定至溶液呈紫红色为终点。按式(1)计算硫酸亚铁铵标准溶液的浓度：

$$c_2 = \frac{c_1 \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中： c_2 ——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度，mol/L；
 c_1 ——重铬酸钾标准溶液的浓度，mol/L；
 V_1 ——滴定时所消耗的重铬酸钾标准溶液的体积，mL；
 V_2 ——移取的硫酸亚铁铵标准溶液的体积，mL。

4 试样

试样应全部通过 1.68 mm 筛孔。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取 0.500 0 g 试样。

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于 300 mL 烧杯中，盖上表皿，加入 20 mL 磷酸(3.1)，加热分解试样并发生少量白烟，放冷至溶液仍保持流动性时，加入 20 mL 硫酸(3.4)和 5 mL 硝酸(3.2)，加热至冒烟以驱尽氮氧化物冷却后，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀移取 50.00 mL 溶液于 500 mL 烧杯中，加入 20 mL 硫酸(3.3)，用温水稀释至约 200 mL。

5.3.2 加入 0.5 mL 高锰酸钾溶液(3.8)，然后加入 10 mL 硝酸银溶液(3.6)和 20 mL~25 mL 过硫酸铵溶液(3.9)，煮沸使铬氧化成重铬酸并呈现出高锰酸钾的微红色后，继续煮沸约 5 min，使过量的过硫酸铵分解。加入 10 mL 盐酸(3.5)和 5 mL 硫酸锰溶液(3.7)，煮沸使高锰酸完全分解，继续煮沸 2 min~3 min 冷却至室温，加水至溶液体积约为 250 mL。

5.3.3 加入硫酸亚铁铵标准溶液(3.12)使重铬酸还原并过量 5 mL~10 mL，加入 5 滴二苯胺四磺酸钠指示剂(3.10)，立即用重铬酸钾标准溶液(3.11)滴定至溶液刚呈紫红色为终点。

6 分析结果的计算

按公式(2)计算铬质量百分含量：

$$\text{Cr}(\%) = \frac{(V_3 - V_4 \times K) \times c_2 \times 0.01733}{m_o \times r} \dots\dots\dots (2)$$

式中： V_3 ——所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液的体积，mL；
 V_4 ——所消耗的重铬酸钾标准溶液的体积，mL；
 K ——重铬酸钾标准溶液相当于硫酸亚铁铵标准溶液的比值；
 c_2 ——标定后硫酸亚铁铵标准溶液的浓度，mol/L；
 m_o ——试样的质量，g；
 r ——试液分取比；

0.017 33——1 mL 硫酸亚铁铵标准溶液相当的铬的质量，g。

分析结果表示至小数点后二位。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于 0.40%。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
金属铬化学分析方法
硫酸亚铁铵容量法测定铬量
GB/T 4702.1—1997

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

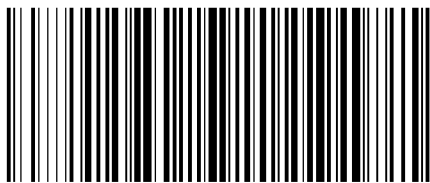
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 5 千字
1998年5月第一版 1998年5月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-14814 定价 8.00 元

*

标 目 337—18



GB/T 4702.1—1997