

JB

中华人民共和国机械行业标准

JB/T 6326.2—1992

镍铬及镍铬铁合金化学分析方法 过硫酸铵氧化容量法测定铬量

1992-06-26 发布

1993-01-01 实施

中华人民共和国机械电子工业部 发布

镍铬及镍铬铁合金化学分析方法
过硫酸铵氧化容量法测定铬量

1 主题内容与适用范围

本标准规定了镍铬及镍铬铁合金用过硫酸铵氧化容量法测定铬量的方法。

本标准适用于镍铬、镍铬铁合金中铬量的测定，测定范围：10.00%~30.00%。

2 引用标准

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法提要

试样用酸溶解后，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，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定。

4 试剂

4.1 无水碳酸钠

4.2 盐酸(密度 $\rho_{1.19}$ g/ml)。

4.3 硝酸(密度 $\rho_{1.42}$ g/ml)。

4.4 磷酸(密度 $\rho_{1.69}$ g/ml)。

4.5 盐酸—硝酸混合酸：盐酸(4.2)+硝酸(4.3)(1+1)。

4.6 硫酸(1+1)。

4.7 硫酸(5+95)。

4.8 硝酸银溶液(10 g/L)。

4.9 过硫酸铵溶液(200 g/L)当天配制。

4.10 氯化钠溶液(50 g/L)。

4.11 苯代邻氨基苯甲酸指示剂溶液(2 g/L)：称取 0.2 g 苯代邻氨基苯甲酸置于 150 ml 烧杯中，加 0.2 g 无水碳酸钠(4.1)，加 2~3 ml 水溶解，用水稀释至 100 ml，混匀。

4.12 铬标准溶液：称取 5.6578 g 基准重铬酸钾(预先经 150℃ 烘 1 h 后，置于干燥器中，冷至室温)置于 300 ml 烧杯中，用约 200 ml 水溶解，移入 1000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，此溶液 1 ml 含 2.00 mg 铬。

4.13 硫酸亚铁铵标准溶液的配制及标定。

4.13.1 配制：称取 20 g 硫酸亚铁铵，溶于 1000 ml 硫酸(4.7)中，混匀，加 5 g 纯铝(纯度大于 99.9%)。

4.13.2 标定：取三个 500 ml 锥形瓶。各加入 16 ml 硫酸(4.6)和 5 ml 磷酸(4.4)，加热蒸发至冒硫酸烟，稍冷，加 50 ml 水，混匀，冷却至室温，分别加入铬标准溶液(其量应与试样中含铬量相近)，用水稀释至 200 ml，用硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)滴定至溶液呈淡黄色，加 3 滴苯代邻氨基苯甲酸溶液(4.11)，继续滴定至由玫瑰红色变成亮绿色为终点。读取所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的毫升数。三份铬标准溶液

所消耗硫酸亚铁铵标准溶液毫升数的极差值,不应超过 0.05 ml,取其平均值。

按下式计算硫酸亚铁铵标准溶液对铬的滴定度

$$T = \frac{V \cdot C}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中: T ——硫酸亚铁铵标准溶液对铬的滴定度, g/ml;

C ——铬标准溶液的浓度, g/ml;

V ——移取铬标准溶液的体积, ml;

V_1 ——滴定所消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积的平均值, ml。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取试样 0.2000 g。

5.2 测定

5.2.1 将试样置于 500 ml 锥形瓶中,加 10~20 ml 盐酸—硝酸混合酸 (4.5) 低温溶解,加入 16 ml 硫酸 (4.6), 5 ml 磷酸 (4.4), 加热至冒硫酸烟,取下,稍冷。

5.2.2 加入 200 ml 热水,再加入 5 ml 硝酸银溶液 (4.8) 20 ml 过硫酸铵溶液 (4.9), 混匀,加热煮沸至溶液呈红色,继续煮沸 5 min,使过硫酸铵分解完全。加 10 ml 氯化钠溶液 (4.10),煮沸至红色消失,并继续煮沸 8~10 min,使氯化银沉淀凝聚,溶液澄清。

5.2.3 冷却至室温,用硫酸亚铁铵标准溶液 (4.13.1) 滴定至溶液呈淡黄色,加 3 滴苯代邻氨基苯甲酸指示剂溶液 (4.11),继续滴定至溶液由玫瑰红色变为亮绿色为终点。

6 分析结果计算

按下式计算铬的百分含量:

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

式中: V_2 ——滴定试样所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积, ml;

T ——硫酸亚铁铵标准溶液对铬的滴定度, g/ml;

m ——试样量, g。

注:如合金中含铈,则按 1.0% 铈相当于 0.12% 的铬进行校正。如含钒则按 1.0% 的钒相当于 0.34% 的铬,进行校正。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

表		%
铬 含 量	允 许 差	
10.00~18.00	0.20	
>18.00~30.00	0.30	

附加说明:

本标准由机械电子工业部上海电器科学研究所提出并归口。

本标准由四川仪表一厂起草。

本标准主要起草人李正容、范春贞。