

中华人民共和国国家标准

硅铬合金化学分析方法
碱熔-过硫酸铵氧化容量法
测定铬量

UDC 669.782.5'26
:543.24:546
.76
GB 4699.2-84

Methods for chemical analysis of silicochromium
The alkaline fusion-ammonium persulfate
oxidation volumetric method for the determination
of chromium content

本标准适用于硅铬合金中铬量的测定。测定范围：25.00～50.00%。
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

试样用过氧化钠熔融，在热水中溶解后，加硫酸酸化，用过硫酸铵氧化铬，以盐酸和硫酸锰分解高锰酸后，用硫酸亚铁铵标准溶液还原铬，用高锰酸钾标准溶液进行逆滴定。

2 试剂

- 2.1 过氧化钠：分析纯。
- 2.2 盐酸（1+3）。
- 2.3 硫酸（1+1）。
- 2.4 磷酸（比重1.70）。
- 2.5 硝酸银溶液（0.5%）。
- 2.6 硫酸锰溶液：100g硫酸锰（ $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ）溶于水，稀释至1000ml，混匀。
- 2.7 过硫酸铵溶液（20%）：使用时配制。
- 2.8 高锰酸钾溶液（0.3%）。
- 2.9 硫酸亚铁铵标准溶液（0.1N）

2.9.1 配制

先在300ml水中加入30ml硫酸（比重1.84），冷却后加40g硫酸亚铁铵，待完全溶解后再加约700ml水，混匀。

2.9.2 标定

移取25.00ml硫酸亚铁铵标准溶液（2.9.1），加入25ml水，5ml磷酸（2.4），用高锰酸钾标准溶液（2.10.1）滴定至呈微红色。

2.10 高锰酸钾标准溶液（0.1N）

2.10.1 配制

称取3.3g高锰酸钾，加入盛有1050ml水的烧瓶中，加热至微沸，保持1～2h，放置于暗处过夜，用玻璃过滤器过滤上部澄清的液体，移入用蒸汽洗涤过30min的棕色瓶中，混匀并储于暗处。

注：过滤前后过滤器均不能用水洗涤。

2.10.2 标定

国家标准局1984-10-04发布

1985-09 01实施