

镍基合金粉化学分析方法 第 4 部分：铬量的测定 过硫酸铵氧化滴定法

Methods for chemical analysis of nickel base alloy powder—
Part 4: Determination of chromium content—
Ammonium persulfate oxidation titration

中华人民共和国有色金属
行业标准
镍基合金粉化学分析方法
第 4 部分：铬量的测定
过硫酸铵氧化滴定法
YS/T 539.4—2009

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

网址 www.spc.net.cn

电话：68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

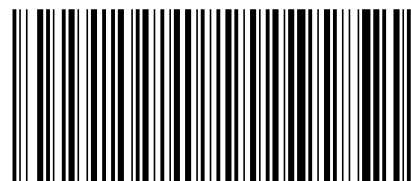
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

书号：155066·2-20563 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话：(010)68533533



YS/T 539.4—2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

式中:

T——硫酸亚铁铵标准滴定溶液对铬的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

ρ——重铬酸钾标准溶液的质量浓度,单位为毫克每毫升(g/mL);

V₀——重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V₁——滴定所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4 分析步骤

4.1 试料

称取 0.20~0.50 g 试样,精确至 0.000 1 g。

4.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

4.3 测定

4.3.1 将试料(4.1)置于 500 mL 烧杯中,加 15 mL 盐酸(3.1)、2 mL 硝酸(3.2),低温加热[难溶试样可滴加氢氟酸(3.3)助溶]溶解。加 4mL 磷酸(3.4)[含钨高的试样加 6 mL]、16 mL 硫酸(3.5),蒸发至冒硫酸烟,滴加硝酸(3.2)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。

4.3.2 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(3.6)、20 mL 过硫酸铵溶液(3.7),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(3.8)氧化]。继续煮沸 5 min,加入 5 mL 氯化钠溶液(3.9),煮沸至红色消失[如红色不消失,需再补加氯化钠溶液(3.9)],继续煮沸 8 min~10 min,使氯化银沉淀凝聚下沉,取下,以流水冷却至室温。

4.3.3 用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(3.13)滴定至溶液呈淡黄色,加 3 滴 N-苯代邻氨基苯甲酸溶液(3.11)[含钨试样,再加 2 滴二苯胺磺酸钠(3.10)],继续滴定至溶液由玫瑰红色转变为亮绿色为终点。

5 分析结果的计算

铬含量以铬的质量分数 w_{Cr} 计,数值以 % 表示,按公式(2)计算:

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

式中:

T——硫酸亚铁铵标准滴定溶液对铬的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

V₂——滴定所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

m₀——试料质量,单位为克(g)。

6 精密度

6.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%。重复性限(r)按表 1 数据采用线性内插法求得:

表 1

铬的质量分数/%	4.82	12.56	28.39
重复性限/%	0.06	0.14	0.20

6.2 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。

前 言

YS/T 539《镍基合金粉化学分析方法》共分为 13 个部分:

- 第 1 部分:硼量的测定 酸碱滴定法;
- 第 2 部分:铝量的测定 铬天青 S 分光光度法;
- 第 3 部分:硅量的测定 高氯酸脱水称量法;
- 第 4 部分:铬量的测定 过硫酸铵氧化滴定法;
- 第 5 部分:锰量的测定 高碘酸钠(钾)氧化分光光度法;
- 第 6 部分:铁量的测定 三氯化钛-重铬酸钾滴定法;
- 第 7 部分:钴量的测定 亚硝基 R 盐分光光度法;
- 第 8 部分:铜量的测定 新亚铜灵-三氯甲烷萃取分光光度法;
- 第 9 部分:铜量的测定 硫代硫酸钠碘量法;
- 第 10 部分:钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法;
- 第 11 部分:钨量的测定 辛可宁称量法;
- 第 12 部分:磷量的测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法;
- 第 13 部分:氧量的测定 脉冲加热情气熔融-红外线吸收法。

本部分是 YS/T 539 的第 4 部分。

本部分代替 YS/T 539.4—2006《镍基合金粉化学分析方法 过硫酸铵氧化滴定法测定铬量》。

本部分与 YS/T 539.4—2006 相比较主要变化如下:

- 增加了前言;
- 补充了重复性限。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:北京有色金属研究总院、西安锐坚金属有限责任公司。

本部分起草单位:北京有色金属研究总院、钢铁研究总院。

本部分主要起草人:刘鹏宇、杨秋萍、郑广贺。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 8638.4—1988;
- YS/T 539.4—2006。