

铬铁化学分析方法

过硫酸铵氧化容量法测定铬量

Methods for chemical analysis of ferrochromium
The ammonium persulfate oxidation volumetric
method for the determination of chromium content

本标准适用于铬铁及氮化铬铁中铬量的测定。测定范围：45.00 ~ 80.00 %。
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》。
本标准等效采用日本工业标准JIS G 1313 /1978《铬铁分析方法》。

1 方法提要

试样用磷酸分解或碱熔（酸难溶试样）后，加入硫酸，用过硫酸铵氧化铬，以盐酸和硫酸锰分解高锰酸后，用过量的硫酸亚铁铵标准溶液还原铬，用高锰酸钾标准溶液进行反滴定。

2 试剂

- 2.1 过氧化钠。
- 2.2 过硫酸铵。
- 2.3 硝酸（ ρ 1.42 g/ml）。
- 2.4 硫酸（ ρ 1.84 g/ml）。
- 2.5 硫酸（1 + 1）。
- 2.6 硫酸（1 + 4）。
- 2.7 磷酸（ ρ 1.70 g/ml）。
- 2.8 盐酸（1 + 3）。
- 2.9 高锰酸钾溶液（0.3 %）。
- 2.10 硝酸银溶液（0.5 %）。
- 2.11 硫酸锰溶液：称取100 g硫酸锰（ $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ），以水溶解后稀释至1 L，混匀。
- 2.12 过硫酸铵溶液（20 %）：使用时配制。
- 2.13 二苯胺磺酸钠溶液（0.1 %）。
- 2.14 高锰酸钾标准溶液〔 $C(1/5\text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ 〕。

2.14.1 配制

称取3.3 g高锰酸钾，加入已盛有约1050 ml水的烧瓶中，加热至微沸，保持1 ~ 2 h，放置于暗处过夜，用多孔玻璃过滤器过滤上部清液（过滤前后均不要用水洗涤），移入用蒸汽洗涤30 min的棕色瓶中，混匀并贮存于暗处。

2.14.2 标定

称取2.0000 g经150 ~ 200 °C干燥过1 ~ 1.5 h的草酸钠基准试剂，加水溶解后移入250 ml容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。移取25.00 ml此溶液，加入200 ml水、10 ml硫酸（2.4），微热使溶液温度达到25 ~ 30 °C，边搅拌边用高锰酸钾标准溶液（2.14）滴定至微红色，静置至红色消失，加热至55 ~ 60 °C，用高锰酸钾标准溶液滴定（在滴定至终点前0.5 ~ 1 ml时应逐滴加入，待前一滴褪色后再加入下一滴）直至溶液呈微红色，并保持30 s不褪色为终点。