

中华人民共和国国家标准

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 硫酸亚铁铵滴定法测定铬量(含钒)

GB/T 4698.10—1996

代替 GB 4698.10—84

Sponge titanium, titanium and titanium

alloys—Determination of chromium content in the presence
of Vanadium—Ammonium ferrous sulfate titration method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了含钒的钛合金中铬含量的测定方法。

本标准适用于含钒的钛合金中铬含量的测定。测定范围:0.30%~12.00%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

试料用硫酸溶解,在硫酸介质中于室温条件下,用高锰酸钾将钒氧化至高价,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定钒。然后在加热的条件下,以硝酸银为催化剂,用过硫酸铵将钒和铬同时氧化至高价,再用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定钒和铬。两次滴定所消耗滴定剂的体积之差即为滴定铬所需滴定剂的体积,由此求得铬的含量。

4 试剂

4.1 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/ml}$)。

4.2 硫酸(1+1)。

4.3 高锰酸钾溶液(5 g/L)。

4.4 尿素溶液(100 g/L)。

4.5 亚硝酸钠溶液(10 g/L)。

4.6 硝酸银溶液(10 g/L)。

4.7 过硫酸铵溶液(250 g/L)。

4.8 氯化钠溶液(100 g/L)。

4.9 铬标准溶液:称取 2.829 g 经 105℃ 烘干 1 h 并冷却至室温的重铬酸钾(基准试剂)于 500 ml 烧杯中,加入约 100 ml 水使其溶解,移入 1 000 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 ml 含 1 mg 铬。

4.10 硫酸亚铁铵标准滴定溶液 [$c(\text{Fe}^{2+}) = 0.025 \text{ mol/L}$]。

4.10.1 配制:称取 10 g 硫酸亚铁铵 [$\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] 于 500 ml 烧杯中,加入 200 ml 硫酸(4.2)使其溶解,移入 1 000 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。