

ICS 77.100  
H 11



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4699.2—2008

代替 GB/T 4699.2—1984, GB/T 5687.1—1985, GB/T 10323—1988

GB/T 4699.2—2008

## 铬铁和硅铬合金 铬含量的测定 过硫酸铵氧化滴定法和电位滴定法

Ferrochromium and ferrosilicochromium—  
Determination of chromium content—  
The ammonium persulfate oxidation titrimetric method and  
potentiometric titration method

中华人民共和国  
国家标准  
铬铁和硅铬合金 铬含量的测定  
过硫酸铵氧化滴定法和电位滴定法  
GB/T 4699.2—2008

\*

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 0.75 字数 14 千字

2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷

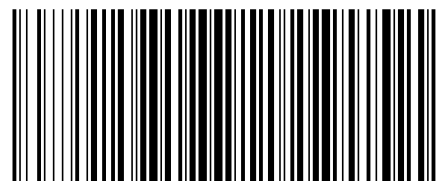
\*

书号:155066·1-32266 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



GB/T 4699.2—2008

2008-05-13 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

现)。再加入 0.5 mL 盐酸(4.2.9)以还原过量的高锰酸盐,待高锰酸盐颜色消失后继续煮沸 5 min(若高锰酸的颜色没有消退,则逐次加入 0.5 mL 盐酸煮沸直至颜色消失),将溶液冷却至室温。

#### 4.5.3.3 电位滴定

4.5.3.3.1 按 4.5.3.1.1 熔融试料时加入 10 mL 磷酸(4.2.5),按 4.5.3.1.2 和 4.5.3.1.3 溶解试料时加入 5 mL 磷酸(4.2.5)。将烧杯放在搅拌器上(4.3.3),将已连接在电位滴定仪上的电极(4.3.2)放入溶液中。

4.5.3.3.2 在连续搅拌的同时,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.2.14)滴定至电位偏转约 200 mV(若试料中含铬量大于 31%时,则先移入 50.00 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液,试料中含铬量大于 68%时,则先移入 100.00 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液),所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的量相当于铬钒含量。

4.5.3.3.3 逐滴加入高锰酸钾溶液(4.2.11)至明显的粉红色保持 1 min 以上(粉红色的颜色出现指示了钒的再氧化,还可以通过相应的电位增加来识别),再逐滴加入亚硝酸钾溶解(4.2.12)至高锰酸盐颜色消失并观察到电位的变化,然后过量 2 滴,加入约 0.5 g 尿素(4.2.4)以破坏过量的亚硝酸根,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.2.14)滴定至电位偏转,所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的量相当于钒量。

#### 4.6 结果计算

按式(6)计算铬的含量(质量分数):

$$w(\text{Cr})(\%) = \frac{T(V_2 - V_3)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$T$ ——1 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.2.14)相当于铬量, g/mol;

$V_2$ ——滴定铬钒含量时所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.2.14)的体积, mL;

$V_3$ ——滴定钒时所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.2.14)的体积, mL;

$m$ ——试料量, g。

#### 4.7 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

表 2 %

铬含量(质量分数)	允许差
>25.00~50.00	0.40
≥50.00	0.50(酸溶) 0.60(碱溶)

### 5 试验报告

试验报告应包括下列内容。

- 鉴别试料、实验室和分析日期等资料;
- 遵守本部分规定的程度;
- 分析结果及其表示;
- 测定中观察到的异常现象;
- 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作,或者任选的操作。

## 前 言

本部分是对 GB/T 5687.1—1985《铬铁化学分析方法 过硫酸铵容量法测定铬量》、GB/T 10323—1988《铬铁、硅铬合金化学分析方法 电位滴定法测定铬量》和 GB/T 4699.2—1984《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》的整合修订。

本部分代替 GB/T 5687.1—1985、GB/T 10323—1988 和 GB/T 4699.2—1984。

本部分与 GB/T 5687.1—1985、GB/T 10323—1988 和 GB/T 4699.2—1984 比较,主要变化如下:

——方法适用范围扩展到铬铁和硅铬合金;

——测定范围调整为 25.00%~80.00%;

——过氧化钠的用量由 7 g~11 g 调整为 8 g;

——硫酸(1+1)的用量由 40 mL~60 mL 调整为 50 mL。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:五矿(湖南)铁合金有限责任公司。

本部分主要起草人:黄燕、杨茂、王慧、陈浪、罗建伟。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4699.2—1984;

——GB/T 5687.1—1985;

——GB/T 10323—1988。

## 4 方法二:电位滴定法

## 4.1 原理

试料用酸分解或碱熔(酸难溶试料)后,以银离子为催化剂,用过硫酸铵氧化铬,加入盐酸分解高锰酸后,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液电位滴定测得铬和钒的含量;用高锰酸钾再氧化钒,以亚硝酸盐破坏过量的高锰酸盐,再以尿素破坏过量的亚硝酸盐,然后用硫酸亚铁铵标准滴定溶液电位滴定测得钒量,根据差数计算铬量。

## 4.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.2.1 过氧化钠:分析纯。

4.2.2 无水碳酸钠,固体。

4.2.3 过硫酸铵,固体。

4.2.4 尿素,固体。

4.2.5 磷酸, $\rho$  1.70 g/mL。

4.2.6 硝酸, $\rho$  1.42 g/mL。

4.2.7 氢氟酸, $\rho$  1.14 g/mL。

4.2.8 硫酸,1+1。

4.2.9 盐酸,2+3。

4.2.10 硝酸银溶液,5 g/L。

4.2.11 高锰酸钾溶液,25 g/L。

4.2.12 亚硝酸钾溶液,10 g/L。

4.2.13 高锰酸钾标准滴定溶液,1 mol/L。

4.2.13.1 配制:称取 3.3 g 高锰酸钾,加入盛有 1 050 mL 水的烧瓶中,加热至微沸,保持 1 h~2 h,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 30 min 的棕色瓶中,混匀并储于暗处。

4.2.13.2 标定:称取 2.000 0 g 经 150℃~200℃干燥过 1 h~1.5 h 的草酸钠基准试剂,加水溶解后移入 250 mL 容量瓶中稀释至 250 mL,混匀。移取 25.00 mL 此溶液,加入 200 mL 水、10 mL 硫酸( $\rho$  1.84 g/mL),使溶液温度达到 25℃~30℃,边缓慢搅动边用高锰酸钾标准滴定溶液(4.2.13)滴定至微红色,静置至红色消失,加热至 50℃~60℃,继续用高锰酸钾标准滴定溶液缓慢滴定到微红色,保持 30 s 不褪色为终点(在滴加至终点前 0.5 mL~1 mL 时应逐滴加入,待前一滴褪色后再加入下一滴)。

另外,于 200 mL 水中慢慢加入 10 mL 硫酸( $\rho$  1.84 g/mL),加热至 55℃~60℃,做空白试验来进行校正。

按式(4)计算高锰酸钾标准滴定溶液的浓度:

$$c_1 = \frac{m \times 25}{V_1 \times 0.067 01 \times 250} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$c_1$ ——标定后高锰酸钾标准滴定溶液(3.2.13)的浓度, mol/L;

$m$ ——称取草酸钠的量, g;

$V_1$ ——经空白试验校正后所消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

0.067 01——1.00 mL 高锰酸钾标准滴定溶液 [ $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ ] 相当的草酸钠的量, g/mol。

4.2.14 硫酸亚铁铵标准滴定溶液, 0.1 mol/L。

4.2.14.1 配制:先在 300 mL 水中加入 30 mL 硫酸( $\rho$  1.84 g/mL),冷却后加 40 g 硫酸亚铁铵

## 铬铁和硅铬合金 铬含量的测定 过硫酸铵氧化滴定法和电位滴定法

警告:使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

## 1 范围

本部分规定了过硫酸铵氧化滴定法和电位滴定法测定铬铁与硅铬合金中的铬含量。

本部分适用于铬铁与硅铬合金中铬含量的测定。测定范围(质量分数):25.00%~80.00%

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过在本部分中的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试料的采取和制备

## 3 方法一:过硫酸铵氧化滴定法

## 3.1 原理

试料用酸分解或碱熔(酸难溶试料)后,用过硫酸铵氧化铬,以盐酸和硫酸锰分解高锰酸后,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液还原铬,用高锰酸钾标准滴定溶液进行逆滴定。

## 3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.2.1 过氧化钠:分析纯。

3.2.2 无水碳酸钠,固体。

3.2.3 过硫酸铵,固体。

3.2.4 硝酸, $\rho$  1.42 g/mL。

3.2.5 氢氟酸, $\rho$  1.14 g/mL。

3.2.6 硫酸, $\rho$  1.84 g/mL。

3.2.7 磷酸, $\rho$  1.70 g/mL。

3.2.8 硫酸,1+1。

3.2.9 硫酸,1+4。

3.2.10 盐酸,1+3。

3.2.11 高锰酸钾溶液,3 g/L。

3.2.12 硝酸银溶液,5 g/L。

3.2.13 硫酸锰溶液,100 g/L。

3.2.14 过硫酸铵溶液,200 g/L。用时配制。

3.2.15 二苯胺磺酸钠溶液,1 g/L。

3.2.16 高锰酸钾标准滴定溶液,0.10 mol/L。

3.2.16.1 配制:称取 3.3 g 高锰酸钾,加入盛有 1 050 mL 水的烧瓶中,加热至微沸,保持 1 h~2 h,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 30 min 的棕色瓶中,混匀并储于暗处。