

ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 4702.4—2008

代替 GB/T 4702.4—1984、GB/T 4702.7—1984

GB/T 4702.4—2008

金属铬 铁含量的测定 乙二胺四乙酸二钠滴定法和 火焰原子吸收光谱法

Chromium metal—Determination of iron content—
EDTA titrimetric method and flame atomic
absorption spectrometric method

中华人民共和国
国家标准
金属铬 铁含量的测定
乙二胺四乙酸二钠滴定法和
火焰原子吸收光谱法
GB/T 4702.4—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 10 千字
2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷

*
书号: 155066·1-32320 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 4702.4—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

前 言

本部分是对 GB/T 4702.4—1984《金属铬化学分析方法 EDTA 容量法测定铁量》和 GB/T 4702.7—1984《金属铬化学分析方法 原子吸收分光光度测定铁量》的整合修订。

本部分代替 GB/T 4702.4—1984 和 GB/T 4702.7—1984。

本部分与 GB/T 4702.4—1984 和 GB/T 4702.7—1984 比较,其主要变化如下:

——采用盐酸、高氯酸代替高氯酸分解试料;

——用氯化铵、六次甲基四胺代替氨水分离干扰;

——用盐酸代替氯化钠挥除残铬。

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、邓志红、李龙龙、王艳容、彭再强。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4702.4—1984;

——GB/T 4702.7—1984。

4.5 分析步骤

4.5.1 测定数量

对同一试料溶液应单独进行两次测定,取其平均值。

4.5.2 试料量

称取 1.0 g 试料,准确至 0.000 1 g。

4.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

4.5.4 测定

4.5.4.1 将试料(4.5.2)置于 500 mL 烧杯中,盖上表皿,加入 20 mL 盐酸(4.2.1)、15 mL 高氯酸(4.2.2),并加热使其溶解,继续加热至发生白烟约 10 min,取下,冷却至室温。

4.5.4.2 加入 50 mL 温水以溶解盐类,用定量滤纸过滤于 100 mL 容量瓶中,用温水洗净烧杯及滤纸,冷却至室温,用水稀释至刻度,混匀。

4.5.4.3 移取 10.00 mL 溶液(4.5.4.2)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.5.4.4 将原子吸收分光光度计调节至最佳工作状态,取试液(4.5.4.3)在原子吸收分光光度计上于分析线 248.3 nm,在空气-乙炔火焰中,以水调节零点测定其吸光度,将所测得的吸光度减去随同试料空白的吸光度,从校准曲线上查出相应铁量。

安全警示:一氧化二氮,俗称笑气。吸入本品与空气的混合物,当其中氧浓度很低时可引起窒息;吸入 80%本品和氧气的混合物引起深麻醉,苏醒后一般无后遗症。本品遇乙醚、乙炔等易燃气体能起助燃作用,可加剧火焰的燃烧。

4.5.5 校准曲线的绘制

4.5.5.1 移取 0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL 铁标准溶液(4.2.4),分别置于一组 100 mL 的容量瓶中,分别加入 1.000 g 电解金属铬(4.2.2),加入 15 mL 高氯酸(4.2.1)并加热使其溶解,继续加热至产生白烟约 10 min,冷却至室温,以下按 4.5.4.2 和 4.5.4.4 测量其吸光度。

4.5.5.2 以铁量为横坐标,吸光度(减去试剂空白的吸光度)为纵坐标绘制校准曲线。

4.6 结果计算

按式(3)计算铁的含量(质量分数):

$$w(\text{Fe})(\%) = \frac{m_1}{m_0 \cdot r \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_1 ——自校准曲线查得的铁量,mg;

m_0 ——试料量,g;

r ——试液分取比。

5 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 2 %

铁含量(质量分数)	允 许 差
0.10~0.50	0.03
>0.50~1.00	0.05

金属铬 铁含量的测定 乙二胺四乙酸二钠滴定法和 火焰原子吸收光谱法

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

本部分规定了乙二胺四乙酸二钠滴定法和火焰原子吸收光谱法测定金属铬中铁含量。

本部分适用于金属铬中铁含量的测定。测定范围(质量分数):0.10%~1.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分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)或修订版均不适用于本部分,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:乙二胺四乙酸二钠滴定法

3.1 原理

试料用盐酸溶解,高氯酸冒烟,以氨水调至碱性以分离出大部分铬。用硝酸溶解氢氧化物沉淀,加入高氯酸冒烟,用盐酸生成氯化铬酰挥发残余铬,用水溶解盐类,调节 pH 值,以磺基水杨酸为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定,根据标准溶液消耗量,计算铁的含量。

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 氯化铵,固体。
- 3.2.2 氨水, ρ 0.90 g/mL。
- 3.2.3 高氯酸, ρ 1.67 g/mL。
- 3.2.4 硝酸, ρ 1.42 g/mL。
- 3.2.5 盐酸, ρ 1.19 g/mL。
- 3.2.6 盐酸,1+1。
- 3.2.7 盐酸,1+2。
- 3.2.8 六次甲基四胺溶液,250 g/L。
- 3.2.9 六次甲基四胺溶液,5 g/L。
- 3.2.10 磺基水杨酸溶液,50 g/L。
- 3.2.11 氨性缓冲溶液,pH10。称取 67.5 g 氯化铵(3.2.1)溶于水中,加入 570 mL 氨水(3.2.2),用水稀释至 1 000 mL,混匀。
- 3.2.12 铁标准溶液,0.100 0 mg/mL。
 - 3.2.12.1 称取 1.000 g 铁(99.90%以上)置于 300 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.2.7),加热分解,