

## 前 言

本标准等效采用 JIS G 1323—1978《金属铬化学分析方法 硫酸亚铁铵容量法测定铬量》。

本标准此次修定主要将原用高锰酸钾标准溶液回滴改用重铬酸钾标准溶液回滴测定铬量。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 4702.1—84。

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由冶金工业部信息标准研究院归口。

本标准由湖南铁合金厂起草。

本标准主要起草人:张玉兰、黄燕、赵以清。

本标准 1984 年 10 月 4 日首次发布。

# 中华人民共和国国家标准

## 金属铬化学分析方法 硫酸亚铁铵容量法测定铬量

GB/T 4702.1—1997

Methods for chemical analysis of chromium metal  
The ammonium ferrous sulfate  
volumetric method for the determination  
of chromium content

代替 GB 4702.1—84

### 1 适用范围

本标准规定了硫酸亚铁铵容量法测定铬量。

本标准适用于金属铬中铬量的测定。适用范围：铬含量大于 97.00%。

### 2 方法提要

试样用磷酸分解。在磷酸、硫酸介质中，以硝酸银作催化剂，用过硫酸铵将铬氧化为六价，硫酸亚铁铵标准溶液还原铬，重铬酸钾标准溶液进行回滴。

### 3 试剂

3.1 磷酸( $\rho$ 1.69 g/mL)。

3.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

3.3 硫酸(1+1)。

3.4 硫酸(1+4)。

3.5 盐酸(1+3)。

3.6 硝酸银溶液(5 g/L)。

3.7 硫酸锰溶液 100 g 硫酸锰( $\text{MnSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ )，溶解于水后稀释至 1 000 mL，混匀。

3.8 高锰酸钾溶液(3 g/L)。

3.9 过硫酸铵溶液(200 g/L)。

3.10 二苯胺四磺酸钠溶液(5 g/L)。

3.11 重铬酸钾标准溶液( $C(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.1000 \text{ mol/L}$ )

称取 4.904 g 经 150℃~170℃干燥 2 h 的基准重铬酸钾置于 200 mL 烧杯中，以少量水溶解后，移至 1 000 mL 容量瓶中，用水多次洗涤烧杯内壁，洗涤液倾入容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。

3.12 硫酸亚铁铵标准溶液(0.1 mol/L)

称取 39.22 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 1 000 mL 硫酸(5+95)中，混匀。

标定：移取 25.00 mL 硫酸亚铁铵标准溶液置于 300 mL 烧杯中，加入 25 mL 水、5 mL 磷酸(3.1)，加入 5 滴二苯胺四磺酸钠指示剂(3.10)，用重铬酸钾标准溶液(3.11)滴定至溶液呈紫红色为终点。按式(1)计算硫酸亚铁铵标准溶液的浓度：