



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.11—91

钢铁及合金化学分析方法 过硫酸铵氧化容量法测定铬量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The ammonium persulfate oxidation volumetric
method for the determination of chromium content

1991-09-06 发布

1992-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 过硫酸铵氧化容量法测定铬量

GB/T 223.11—91

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The ammonium persulfate oxidation volumetric
method for the determination of chromium content

代替 GB 223.11—82

1 主题内容与适用范围

本标准规定了用过硫酸铵氧化容量法测定铬量。

本标准适用于生铁、碳素钢、合金钢、高温合金和精密合金中铬量的测定。测定范围：0.100%~30.00%。

2 方法提要

试样用酸溶解后，在硫酸、磷酸介质中，以硝酸银为催化剂，用过硫酸铵将铬氧化成六价，用硫酸亚铁铵滴定溶液滴定。

含钒试样，以亚铁-邻菲罗啉溶液为指示剂，加过量的硫酸亚铁铵滴定溶液，以高锰酸钾溶液回滴。试液中存在 2 mg 以下铈不干扰测定。

3 试剂

3.1 无水乙酸钠。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 盐酸(1+3)。

3.4 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.5 磷酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.6 硫酸(1+1)。

3.7 硫酸(5+95)。

3.8 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.9 硫酸-磷酸混合酸：于 600 mL 水中加入 320 mL 硫酸(3.6)及 80 mL 磷酸(3.5)混匀。

3.10 硝酸银溶液(1.0%)：称取 1.0 g 硝酸银溶于 100 mL 水中，滴加数滴硝酸(3.4)，贮于棕色瓶中。

3.11 过硫酸铵溶液(30%)，使用时配制。

3.12 氯化钠溶液(5%)。

3.13 硫酸锰溶液(4%)。

3.14 苯代邻氨基苯甲酸溶液(0.2%)：称取 0.2 g 试剂置于 300 mL 烧杯中，加 0.2 g 无水碳酸钠，加 20 mL 水加热溶解，用水稀释至 100 mL，混匀。

3.15 亚铁-邻菲罗啉溶液：称取 1.49 g 邻菲罗啉、0.98 g 硫酸亚铁铵置于 300 mL 烧杯中，加 50 mL 水，加热溶解，冷却，用水稀释至 100 mL，混匀。

3.16 铬标准溶液

3.16.1 称取 5.6578 g 预先经 150℃ 烘 1 h 后,置于干燥器中冷却至室温的重铬酸钾(基准),置于烧杯中,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 2.00 mg 铬。

3.16.2 移取 50.00 mL 铬标准溶液(3.16.1)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 铬。

3.16.3 移取 25.00 mL 铬标准溶液(3.16.1)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.50 mg 铬。

3.17 硫酸亚铁铵滴定溶液

3.17.1 配制:称取 6 g、12 g、24 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,分别溶解于硫酸(3.7)中,并用硫酸(3.7)稀释至 1 000 mL,混匀。

3.17.2 标定及指示剂的校正:

于 3 个 500 mL 锥形瓶中,各加 50 mL 硫酸-磷酸混合酸(3.9),加热蒸发至冒硫酸烟,稍冷,加水 50 mL,冷却至室温,分别加入铬标准溶液(其量应与试样中含铬量相近),用水稀释至 200 mL,用硫酸亚铁铵滴定溶液(3.17.1)滴定至溶液呈淡黄色,加 3 滴苯代邻氨基苯甲酸溶液(3.14),继续滴定至由玫瑰红色变为亮绿色为终点。读取所消耗硫酸亚铁铵滴定溶液的毫升数。再加相同量的铬标准溶液,再用硫酸亚铁铵滴定溶液(3.17.1)滴定至由玫瑰红色变为亮绿色为终点。两者消耗硫酸亚铁铵滴定溶液体积的差值,即为 3 滴苯代邻氨基苯甲酸溶液的校正值。将此值加入硫酸亚铁铵滴定溶液的消耗的毫升数中,再行计算。三份铬标准溶液所消耗硫酸亚铁铵滴定溶液毫升数的极差值,不超过 0.05 mL,取其平均值。

按下式计算硫酸亚铁铵滴定溶液对铬的滴定度:

$$T = \frac{V \times c}{V_1} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: T —— 硫酸亚铁铵滴定溶液对铬的滴定度, g/mL;

V —— 移取铬标准溶液的体积, mL;

V_1 —— 滴定所消耗硫酸亚铁铵滴定溶液体积(包括指示剂校正值)的平均值, mL;

c —— 铬标准溶液的浓度, g/mL。

3.18 高锰酸钾溶液的配制及标定

3.18.1 配制:称取 0.48 g、0.95 g 或 1.9 g 高锰酸钾,分别置于 1 000 mL 烧杯中,用水溶解后加 5~10 mL 磷酸(3.5),用水稀释至 1 000 mL,贮于棕色瓶中,在阴凉处放置 6~10 d,使用前用坩埚式过滤器过滤后使用。

3.18.2 标定:移取 25.00 mL 硫酸亚铁铵滴定溶液(3.17.1)三份,分别置于 250 mL 锥形瓶中,以相应浓度的高锰酸钾溶液滴定至溶液呈粉红色,在 1~2 min 内不消失为终点,三份硫酸亚铁铵滴定溶液所消耗高锰酸钾毫升数的极差值,不超过 0.05 mL,取其平均值。

按下式计算高锰酸钾溶液相当于硫酸亚铁铵滴定溶液的体积比:

$$K = \frac{25.00}{V} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: K —— 高锰酸钾溶液相当于硫酸亚铁铵滴定溶液的体积比;

V —— 滴定所消耗高锰酸钾溶液的体积, mL;

25.00 —— 移取硫酸亚铁铵滴定溶液的体积, mL。