

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(不含钒)

GB/T 4698.11—1996

Sponge titanium, titanium and titanium alloys
—Determination of chromium content in the absence of
Vanadium—Ammonium ferrous sulfate titration method

代替 GB 4698.11—84

1 主题内容与适用范围

本标准规定了不含钒的钛合金中铬含量的测定方法。

本标准适用于不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,在硫酸介质中以硝酸银作催化剂,用过硫酸铵将铬氧化到高价,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定铬,从而求得铬的含量。

4 试剂

4.1 硝酸(ρ 1.42 g/ml)。

4.2 硫酸(1+1)。

4.3 硫酸锰溶液(50 g/L)。

4.4 硝酸银溶液(10 g/L)。

4.5 过硫酸铵溶液(250 g/L)。

4.6 氯化钠溶液(100 g/L)。

4.7 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。

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

4.8.1 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。

4.8.2 标定:移取三份各 10.00 ml 铬标准溶液(4.7),分别置于三个 500 ml 锥形瓶中,各加入 25 ml 硫酸(4.2),以下按 5.2.2~5.2.4 条进行。平行标定所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.8)体积的极差应不大于 0.10 ml,取其平均值。