

# 中华人民共和国航空工业标准

## 高温合金化学分析方法 过硫酸铵氧化——亚铁容量法测定铬含量

HB 5220.15—95  
代替 HB 5220.7(1)—82

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了用过硫酸铵氧化——亚铁容量法测定高温合金中铬含量的方法提要、试剂、分析步骤、分析结果的计算和允许差。

本标准适用于高温合金和钢铁中铬含量的测定。

测定范围:0.10%~30.00%。

### 2 引用标准

HB 5421—89 金属材料化学分析方法总则及一般规定

HB/Z 205—91 钢和高温合金化学分析用试样的取样规范

### 3 方法提要

试样经酸溶解,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。以 N—苯代邻氨基苯甲酸溶液为指示剂,用硫酸亚铁铵标准溶液滴定铬。

锰的干扰可用氯化钠还原而消除。含钒的试样,应以亚铁——邻菲罗啉溶液为指示剂,加过量的硫酸亚铁铵标准溶液,用高锰酸钾溶液回滴。

试液中存在 2mg 以下的铈不干扰测定。

本标准在实施中应遵守 HB 5421 和 HB/Z 205 的有关规定。

### 4 试剂

4.1 无水乙酸钠:固体。

4.2 盐酸: $\rho$ 1.19g/mL。

4.3 盐酸:1+3。

4.4 硝酸: $\rho$ 1.42g/mL。

4.5 磷酸: $\rho$ 1.69g/mL。

4.6 硫酸:1+1。

4.7 硫酸:5+95。

4.8 氢氟酸: $\rho$ 1.15g/mL。

- 4.9 硫酸——磷酸混合酸:于 600mL 水中加入 320mL 硫酸(4.6)及 80mL 磷酸(4.5),混匀。
- 4.10 硝酸银:1%溶液。称取 1g 硝酸银溶于 100mL 水中,滴加数滴硝酸(4.4),贮于棕色瓶中。
- 4.11 过硫酸铵:30%溶液,使用时配制。
- 4.12 氯化钠:5%溶液。
- 4.13 硫酸锰:4%溶液。
- 4.14 N-苯代邻氨基苯甲酸:0.2%溶液。称取 0.2g 试剂置于 300mL 烧杯中,加 0.2g 无水碳酸钠,加 20mL 水,加热溶解,冷却后,用水稀释至 100mL,混匀。
- 4.15 亚铁——邻菲罗啉溶液:称取 1.49g 邻菲罗啉、0.98g 硫酸亚铁铵置于 300mL 烧杯中,加 50mL 水,加热溶解,冷却,用水稀释至 100mL,混匀。
- 4.16 铬标准溶液
- 4.16.1 铬标准溶液 A:2.00mg/mL。称取 5.6578g 基准重铬酸钾(预先经 150℃ 烘 1h,并于干燥器中冷却至室温)置于 300mL 烧杯中,用适量水溶解,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
- 4.16.2 铬标准溶液 B:1.00mg/mL。分取 50.00mL 铬标准溶液 A(4.16.1)置于 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
- 4.16.3 铬标准溶液 C:0.50mg/mL。分取 25.00mL 铬标准溶液 A(4.16.1)置于 100mL 容量瓶中,用水稀释至刻度。摇匀。
- 4.17 硫酸亚铁铵滴定溶液(约  $C[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2]=0.015mol/L、0.03mol/L$  或  $0.06mol/L$ )。

- 4.17.1 配制:称取 6g、12g、24g 硫酸亚铁铵  $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ ,分别溶解于硫酸(4.7)中,并用硫酸溶液(4.7)稀释至 1000mL,摇匀。
- 4.17.2 标定及指示剂的校正:

于三个 500mL 锥形瓶中,各加 50mL 硫酸——磷酸混合酸(4.9),加热蒸发至冒硫酸烟,稍冷,加 50mL 水,冷却至室温。分别加入铬标准溶液(其量应与待测试样中的含铬量相近),用水稀释至 200mL,选用适宜的硫酸亚铁铵标准溶液(4.17.1)滴定至溶液呈淡黄色,加 3 滴 N-苯代邻氨基苯甲酸溶液(4.14),继续滴定至由玫瑰红色变为亮绿色为滴定终点。读取所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的毫升数。再加相同量的铬标准溶液,再用同一硫酸亚铁铵标准溶液(4.17.1)滴定至由玫瑰红色变为亮绿色为滴定终点。两者消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积的差值,即为 3 滴 N-苯代邻氨基苯甲酸溶液的校正值。将此值加入硫酸亚铁铵标准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标准溶液毫升数的极差值,不超过 0.05mL,取其平均值。

按(1)式计算硫酸亚铁铵标准溶液对铬的滴定度:

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

式中:  $T$  ——硫酸亚铁铵标准溶液对铬的滴定度, g/mL;

$V$  ——分取铬标准溶液的体积, mL;