



中华人民共和国国家标准

GB 8638.4—88

镍基合金粉化学分析方法 过硫酸铵氧化滴定法测定铬量

Nickel base alloy powder—Determination of chromium content
—Persulfate oxidation titrimetric method

1988-01-11 发布

1989-01-01 实施

国 家 标 准 局 发 布

镍基合金粉化学分析方法
过硫酸铵氧化滴定法测定铬量

Nickel base alloy powder— Determination of chromium content
— Persulfate oxidation titrimetric method

本标准适用于镍基合金粉末中铬量的测定。测定范围:2.00%~30.00%。

本标准遵守 GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用酸溶解,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,用硫酸亚铁铵溶液滴定铬量。

2 试剂

2.1 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

2.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

2.3 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

2.4 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

2.5 磷酸(ρ 1.67 g/mL)。

2.6 过硫酸铵溶液(25%);用时现配。

2.7 硫酸锰溶液(0.5%)。

2.8 氯化钠溶液(5%)。

2.9 二苯胺磺酸钠溶液(0.2%)。

2.10 N-苯代邻氨基苯甲酸溶液(0.2%):称取 0.2 g N-苯代邻氨基苯甲酸溶于 100 mL 碳酸钠水溶液中(含碳酸钠 0.2 g),加热溶解。

2.11 硝酸银溶液(1%):称取 1 g 硝酸银溶于水中,加数滴硝酸并用水稀释至 100 mL,混匀,贮存于棕色瓶中。

2.12 重铬酸钾标准溶液:称取 5.658 2 g 基准重铬酸钾(预先经 105℃ 烘干 1 h,置于干燥器中,冷却至室温)置于 300 mL 烧杯中,用水溶解,移入 2 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 铬。

2.13 硫酸亚铁铵标准溶液:

2.13.1 配制:称取 10 g 硫酸亚铁铵,用硫酸(5+95)溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶,用硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。(此溶液使用时需用与称取试样含铬量相近似的重铬酸钾标准溶液进行标定)。

2.13.2 标定:移取与称取试样含铬量相近似的重铬酸钾标准溶液(2.12)三份分别置于 500 mL 烧杯中,加 4 mL 磷酸(2.5)、30 mL 硫酸(1+1),用水稀释至 200 mL。用硫酸亚铁铵标准溶液(2.13)滴定至溶液呈淡黄色,加 3 滴 N-苯代邻氨基苯甲酸溶液(2.10),继续滴定至溶液由玫瑰红色变为亮绿色为终点。三份铬标准溶液所消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积的差值不超过 0.05 mL,取其平均值。