

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 539.6—2009
代替 YS/T 539.6—2006

镍基合金粉化学分析方法 第 6 部分：铁量的测定 三氯化钛-重铬酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of nickel base alloy powder—
Part 6: Determination of iron content—
Titanium trichloride-potassium dichromate titration

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

前 言

YS/T 539《镍基合金粉化学分析方法》共分为 13 个部分：

- 第 1 部分：硼量的测定 酸碱滴定法；
- 第 2 部分：铝量的测定 铬天青 S 分光光度法；
- 第 3 部分：硅量的测定 高氯酸脱水称量法；
- 第 4 部分：铬量的测定 过硫酸铵氧化滴定法；
- 第 5 部分：锰量的测定 高碘酸钠(钾)氧化分光光度法；
- 第 6 部分：铁量的测定 三氯化钛-重铬酸钾滴定法；
- 第 7 部分：钴量的测定 亚硝基 R 盐分光光度法；
- 第 8 部分：铜量的测定 新亚铜灵-三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 9 部分：铜量的测定 硫代硫酸钠碘量法；
- 第 10 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第 11 部分：钨量的测定 辛可宁称量法；
- 第 12 部分：磷量的测定 正丁醇-三氯甲烷萃取分光光度法；
- 第 13 部分：氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外线吸收法。

本部分为 YS/T 539 的第 6 部分。

本部分代替 YS/T 539.6—2006《镍基合金粉化学分析方法 三氯化钛-重铬酸钾滴定法测定铁量》。

本部分与 YS/T 539.6—2006 相比较主要变化如下：

- 增加了前言；
- 补充了重复性限。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分起草单位：北京有色金属研究总院、钢铁研究总院。

本部分主要起草人：李娜、张卓、王志春。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 8638.6—1988；
- YS/T 539.6—2006。

镍基合金粉化学分析方法

第6部分:铁量的测定

三氯化钛-重铬酸钾滴定法

1 范围

YS/T 539 的本部分规定了镍基合金粉中铁含量的测定方法。

本部分适用于镍基合金粉中铁含量的测定,测定范围:1%~20%。

2 方法提要

试料经酸溶解,用高氯酸烟将 Cr(III)氧化至 Cr(VI)。用氨水将铁沉淀与铬、镍等元素分离。沉淀用盐酸溶解,以钨酸钠为指示剂,三氯化钛将 Fe(III)还原至 Fe(II),以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准溶液滴定。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 氯化铵。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.4 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.5 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.6 氨水(ρ 0.90 g/mL)。

3.7 磷酸(ρ 1.69 g/mL)。

3.8 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.9 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。

3.10 盐酸(1+1)。

3.11 盐酸(1+9)。

3.12 氨水(1+1)。

3.13 氨水(1+19)。

3.14 二苯胺磺酸钠溶液(2 g/L)。

3.15 重铬酸钾溶液(1 g/L)。

3.16 钨酸钠($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)溶液(250 g/L):称取 25 g 钨酸钠溶于水,加 5 mL 磷酸(3.7),用水稀释至 100 mL。

3.17 三氯化钛溶液 A:移取 25 mL 三氯化钛溶液(150 g/L~200 g/L),用盐酸(3.10)稀释至 100 mL,混匀。

3.18 三氯化钛溶液 B:移取 10 mL 三氯化钛溶液(150 g/L~200 g/L),用盐酸(3.11)稀释至 200 mL,混匀。

3.19 硫酸-磷酸混合酸:将 150 mL 硫酸(3.8)边搅拌边注入 700 mL 水中,再加入 150 mL 磷酸(3.7),混匀。

3.20 硫酸亚铁铵溶液(20 g/L):称取 2 g 硫酸亚铁铵,加水及 5 mL 硫酸(3.8),溶解(如溶液浑浊用滤