



中华人民共和国国家标准

GB 5687.1—85

铬铁化学分析方法 过硫酸铵氧化容量法测定铬量

Methods for chemical analysis of ferrochromium
The ammonium persulfate oxidation volumetric
method for the determination of chromium content

1985-12-04 发布

1986-10-01 实施

国家标准局 批准

铬铁化学分析方法
过硫酸铵氧化容量法测定铬量

UDC 669.15' 26
: 543.24
: 546.76
GB 5687.1—85

Methods for chemical analysis of ferrochromium
The ammonium persulfate oxidation volumetric
method for the determination of chromium content

本标准适用于铬铁及氮化铬铁中铬量的测定。测定范围：45.00～80.00%。
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》。
本标准等效采用日本工业标准JIS G 1313/1978《铬铁分析方法》。

1 方法提要

试样用磷酸分解或碱熔（酸难溶试样）后，加入硫酸，用过硫酸铵氧化铬，以盐酸和硫酸锰分解高锰酸后，用过量的硫酸亚铁铵标准溶液还原铬，用高锰酸钾标准溶液进行反滴定。

2 试剂

- 2.1 过氧化钠。
- 2.2 过硫酸铵。
- 2.3 硝酸（ ρ 1.42 g/ml）。
- 2.4 硫酸（ ρ 1.84 g/ml）。
- 2.5 硫酸（1 + 1）。
- 2.6 硫酸（1 + 4）。
- 2.7 磷酸（ ρ 1.70 g/ml）。
- 2.8 盐酸（1 + 3）。
- 2.9 高锰酸钾溶液（0.3%）。
- 2.10 硝酸银溶液（0.5%）。
- 2.11 硫酸锰溶液：称取100g硫酸锰（ $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ），以水溶解后稀释至1 L，混匀。
- 2.12 过硫酸铵溶液（20%）：使用时配制。
- 2.13 二苯胺磺酸钠溶液（0.1%）。
- 2.14 高锰酸钾标准溶液〔 $C(1/5\text{KMnO}_4) = 0.1\text{ mol/L}$ 〕。

2.14.1 配制

称取3.3g高锰酸钾，加入已盛有约1050ml水的烧瓶中，加热至微沸，保持1～2h，放置于暗处过夜，用多孔玻璃过滤器过滤上部清液（过滤前后均不要用水洗涤），移入用蒸汽洗涤30min的棕色瓶中，混匀并贮存于暗处。

2.14.2 标定

称取2.0000g经150～200℃干燥过1～1.5h的草酸钠基准试剂，加水溶解后移入250ml容量瓶中，并稀释至刻度，混匀。移取25.00ml此溶液，加入200ml水、10ml硫酸（2.4），微热使溶液温度达到25～30℃，边搅拌边用高锰酸钾标准溶液（2.14）滴定至微红色，静置至红色消失，加热至55～60℃，用高锰酸钾标准溶液滴定（在滴定至终点前0.5～1ml时应逐滴加入，待前一滴褪色后再加入下一滴）直至溶液呈微红色，并保持30s不褪色为终点。