

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 807.4—2012

铝中间合金化学分析方法 第4部分：铬含量的测定 过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定法

Chemical analysis methods of aluminum hardeners—
Part 4: Determination of chromium content—
The ammonium persulfate oxidation-ammonium ferrous sulfate
titrimetric method

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

前 言

YS/T 807—2012《铝中间合金化学分析方法》分为 14 个部分：

- 第 1 部分：铁含量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 2 部分：锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法；
- 第 3 部分：镍含量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 4 部分：铬含量的测定 过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 5 部分：铅含量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 6 部分：硼含量的测定 离子选择电极法；
- 第 7 部分：铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法；
- 第 8 部分：铈含量的测定 碘化钾分光光度法；
- 第 9 部分：铋含量的测定 碘化钾分光光度法；
- 第 10 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：铜含量的测定 硫代硫酸钠滴定法；
- 第 13 部分：钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 14 部分：铟含量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为 YS/T 807 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：广州有色金属研究院、东北轻合金有限责任公司、郑州市通达铝业有限公司。

本部分主要起草人：张洁、李跃平、匡玉云、张永进、周兵、戴凤英、张红霞、高志勇。

铝中间合金化学分析方法

第4部分:铬含量的测定

过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

YS/T 807的本部分规定了铝中间合金中铬含量的测定方法。

本部分适用于铝中间合金中铬含量的测定。测定范围:1.0%~8.0%。

2 方法提要

试料用氢氧化钠和过氧化氢溶解,用硝酸酸化。在硫酸-磷酸介质中,以硝酸银为催化剂,用过硫酸铵将铬(Ⅲ)氧化为铬(Ⅵ),以盐酸还原同时被氧化的锰(Ⅶ),以邻苯氨基苯甲酸为指示剂,用硫酸亚铁铵标准溶液滴定。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用优级纯试剂和亚沸水或不含钾的蒸馏水。

- 3.1 过氧化氢($\rho=1.10\text{ g/mL}$)。
- 3.2 硝酸(1+1)。
- 3.3 氢氧化钠溶液(200 g/L),贮于聚乙烯瓶中。
- 3.4 硫酸-磷酸混合酸:于300 mL水中,在不断搅拌下缓慢加入100 mL磷酸($\rho=1.69\text{ g/mL}$)和200 mL硫酸($\rho=1.84\text{ g/mL}$),混匀。
- 3.5 硝酸银溶液(10 g/L),贮于棕色瓶。
- 3.6 硫酸锰溶液(10 g/L)。
- 3.7 过硫酸铵溶液(200 g/L),现用现配。
- 3.8 盐酸(1+3)。
- 3.9 邻苯氨基苯甲酸溶液(2 g/L):称取0.2 g邻苯氨基苯甲酸(N-苯代邻氨基苯甲酸、苯基邻氨基苯甲酸)于300 mL烧杯中,加入0.2 g无水碳酸钠,加入20 mL水,微热溶解,冷却,用水稀释至100 mL,混匀;贮于滴瓶中。
- 3.10 重铬酸钾标准溶液[$c(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.0500\text{ mol/L}$]:称取2.4515 g基准重铬酸钾(预先在150℃烘干2 h并在干燥器中冷却至室温),置于300 mL烧杯中,用水溶解,移入1000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 3.11 硫酸亚铁铵标准溶液(0.05 mol/L)。
- 3.11.1 配制:称取19.6 g硫酸亚铁铵[$(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]于500 mL烧杯中,加入200 mL水,在搅拌下缓慢加入50 mL硫酸($\rho=1.84\text{ g/mL}$),使其溶解完全,冷却至室温,移入1000 mL容量瓶