

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 539.4—2009
代替 YS/T 539.4—2006

镍基合金粉化学分析方法 第 4 部分：铬量的测定 过硫酸铵氧化滴定法

Methods for chemical analysis of nickel base alloy powder—
Part 4: Determination of chromium content—
Ammonium persulfate oxidation 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。

本部分是 YS/T 539 的第 4 部分。

本部分代替 YS/T 539.4—2006《镍基合金粉化学分析方法 过硫酸铵氧化滴定法测定铬量》。

本部分与 YS/T 539.4—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、西安锐坚金属有限责任公司。

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：刘鹏宇、杨秋萍、郑广贺。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 8638.4—1988；
- YS/T 539.4—2006。

镍基合金粉化学分析方法

第4部分:铬量的测定

过硫酸铵氧化滴定法

1 范围

YS/T 539的本部分规定了镍基合金粉中铬含量的测定方法。

本部分适用于镍基合金粉中铬(不含钒)含量的测定,测定范围:2%~30%。

2 方法提要

试料用酸溶解,在硫酸-磷酸介质中,以硝酸银为催化剂,用过硫酸铵将Cr(Ⅲ)氧化成Cr(Ⅵ),用硫酸亚铁铵溶液滴定。

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 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.3 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.4 磷酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.5 硫酸(1+1)。

3.6 硝酸银溶液(10 g/L):称取1 g硝酸银溶于水中,加数滴硝酸(3.2)并用水稀释至100 mL,混匀,贮存于棕色瓶中。

3.7 过硫酸铵溶液(250 g/L),用时现配。

3.8 硫酸锰溶液(5 g/L)。

3.9 氯化钠溶液(50 g/L)。

3.10 二苯胺磺酸钠溶液(2 g/L)。

3.11 N-苯代邻氨基苯甲酸溶液(2 g/L):称取0.2 g N-苯代邻氨基苯甲酸溶于100 mL碳酸钠水溶液(2 g/L)中,加热溶解。

3.12 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 mg铬。

3.13 硫酸亚铁铵标准滴定溶液

3.13.1 配制:称取10 g硫酸亚铁铵,加入适量水及100 mL硫酸(3.5)溶解后,移入1 000 mL容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。

3.13.2 标定:移取25.00 mL重铬酸钾标准溶液(3.12)3份,分别置于500 mL烧杯中,加入4 mL磷酸(3.4)、30 mL硫酸(3.5),用水稀释至200 mL。用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(3.13)滴定至溶液呈淡黄色,加3滴N-苯代邻氨基苯甲酸溶液(3.11),继续滴定至溶液由玫瑰红色变为亮绿色为终点。3份铬标准溶液所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液(3.13)体积的差值不超过0.05 mL,取其平均值。

按公式(1)计算硫酸亚铁铵标准滴定溶液对铬的滴定度:

$$T = \frac{\rho \cdot V_0}{V_1} \times 10^{-3} \quad \dots\dots\dots (1)$$