



中华人民共和国国家标准

GB/T 4702.1—2016
代替 GB/T 4702.1—1997

金属铬 铬含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法

Chromium metal—Determination of chromium content—
The ammonium ferrous sulfate titrimetric method

2016-08-29 发布

2017-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 4702 分为 16 个部分：

- 第 1 部分：金属铬 铬含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法
- 第 2 部分：金属铬 硅含量的测定 高氯酸重量法
- 第 3 部分：金属铬 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法
- 第 4 部分：金属铬 铁含量的测定 乙二胺四乙酸二钠滴定法和火焰原子吸收光谱法
- 第 5 部分：金属铬 铝含量的测定 乙二胺四乙酸二钠滴定法和火焰原子吸收光谱法
- 第 6 部分：金属铬 铁、铝、硅和铜含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法
- 第 7 部分：金属铬 氮含量的测定 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法
- 第 8 部分：金属铬化学分析方法 蒸馏-钼蓝分光光度法测定砷量
- 第 9 部分：金属铬化学分析方法 结晶紫分光光度法测定铋量
- 第 10 部分：金属铬化学分析方法 铜试剂分光光度法测定铜量
- 第 11 部分：金属铬化学分析方法 茜素紫分光光度法测定锡量
- 第 12 部分：金属铬 氧、氮、氢含量的测定 惰性气体熔融红外吸收法和热导法
- 第 13 部分：金属铬化学分析方法 示波极谱法测定铅量
- 第 14 部分：金属铬化学分析方法 红外线吸收法测定碳量
- 第 15 部分：金属铬 铅、锡、铋、锑、砷含量的测定 等离子体质谱法
- 第 16 部分：金属铬 硫含量的测定 红外线吸收法和燃烧中和滴定法

本部分为 GB/T 4702 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4702.1—1997《金属铬化学分析方法 硫酸亚铁铵容量法测定铬量》。

本部分与 GB/T 4702.1—1997 比较，主要技术变化如下：

- 将标准名称改为《金属铬 铬含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法》；
- 增加了“警告”用语；
- 增加了“规范性引用文件”和“试验报告”；
- 采用稀硫酸分解试料；
- 试料量由 0.500 0 g 调整为 0.200 g(精确至 0.000 1 g)，溶完试料后，直接氧化滴定；
- 用“硫酸锰溶液”代替“高锰酸钾溶液”；
- 用“氯化钠溶液”代替“盐酸”分解高锰酸；
- 采用硫酸亚铁铵标准滴定溶液直接滴定铬量，标准滴定溶液浓度由 0.10 mol/L 修改为 0.13 mol/L。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本部分起草单位：中信锦州金属股份有限公司、江苏省(沙钢)钢铁研究院、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：吴银军、刘英杰、年季强、张纪君、王亮、朱春要、陈自斌、卢春生。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4702.1—1984、GB/T 4702.1—1997。

金属铬 铬含量的测定

硫酸亚铁铵滴定法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

GB/T 4702 的本部分规定了硫酸亚铁铵滴定法测定金属铬中铬含量。

本部分适用于金属铬(钒 $\leq 0.20\%$)中铬含量的测定,测定范围(质量分数): $\geq 97.00\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试料的采取和制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管

3 原理

试料用稀硫酸溶解。在适当的硫酸酸度下,以硝酸银作催化剂,用过硫酸铵将三价铬氧化为六价,以 *N*-苯基邻氨基苯甲酸为指示剂,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定,测得铬的含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认的分析纯试剂,所用水为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水,应符合 GB/T 6682 规定的三级及以上的水。

4.1 硫酸, $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ 。

4.2 磷酸, $\rho = 1.70 \text{ g/mL}$ 。

4.3 氯化钠溶液,50 g/L。

4.4 硝酸银溶液,5 g/L。

4.5 过硫酸铵溶液,250 g/L,用时配制。

4.6 硫酸锰溶液,1 g/L。

4.7 重铬酸钾标准溶液, $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.1000 \text{ mol/L}$ 。

称取 4.9040 g 经 150 °C ~ 170 °C 干燥 2 h,并冷却至室温的重铬酸钾基准物质置于 200 mL 玻璃烧杯中,以少量水溶解后,移至 1 000 mL 容量瓶中,用水多次洗涤烧杯内壁,洗涤液倾入容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.8 硫酸亚铁铵标准滴定溶液,约 0.13 mol/L

4.8.1 配制:称取 50.98 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 1 000 mL 硫酸(5+95)中,