

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 953.4—2014

火法冶炼镍基体料化学分析方法 第4部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法

Methods for chemical analysis of fire smelting nickel substrate material—
Part 4: Determination of chrome content—
Ammonium ferrous sulfate titration method

2014-10-14 发布

2015-04-01 实施

中华人民共和国有色金属
行业标准
火法冶炼镍基体料化学分析方法
第4部分:铬量的测定
硫酸亚铁铵滴定法
YS/T 953.4—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址:www.gb168.cn

服务热线:400-168-0010

010-68522006

2015年3月第一版

*

书号:155066·2-28358

版权专有 侵权必究

前 言

YS/T 953《火法冶炼镍基体料化学分析方法》共分为 11 个部分：

- 第 1 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和丁二酮肟重量法；
- 第 2 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和高氯酸脱水重量法；
- 第 3 部分：磷量的测定 钼磷钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 5 部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法；
- 第 6 部分：钴量的测定 5-Cl-PADAB 分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铜量的测定 双环己酮草酰二脒分光光度法和火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 9 部分：碳、硫量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 10 部分：镍、铬、锰、钴、铜、磷量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 11 部分：铅、砷、镉、汞量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 YS/T 953 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：中宝滨海镍业有限公司。

本部分起草单位：西北有色金属研究院、中宝滨海镍业有限公司。

本部分参加起草单位：山西太钢不锈钢股份有限公司、中华人民共和国天津出入境检验检疫局、河南纳士科技股份有限公司、广西银亿科技矿冶公司。

本部分主要起草人：孙宝莲、李波、周恺、周建男、白艳茹、刘宪彬、郑津津、杨平平、王金磊、刘爱坤、王芳、王玲、武素茹、莫宇清、张俊芳、孙慧娜、冯正茂、任益民。

火法冶炼镍基体料化学分析方法

第4部分:铬量的测定

硫酸亚铁铵滴定法

1 范围

YS/T 953 的本部分规定了硫酸亚铁铵滴定法测定火法冶炼镍基体料中铬量。
本部分适用于火法冶炼镍基体料中铬量的测定。测定范围为 0.10%~10.00%。

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 20066 钢和铁 化学成分测定用试样的取样和制样方法

3 方法提要

试料经一定比例的盐酸、硝酸和氢氟酸溶解。于硫酸-磷酸介质中,以硝酸银作催化剂,用过硫酸铵将铬(Ⅲ)氧化至铬(Ⅵ),同时锰也被氧化为高锰酸,加氯化钠煮沸还原高锰酸以消除其干扰。然后以 N-苯代邻氨基苯甲酸为指示剂,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至由紫红色变为亮绿色为终点。

4 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。

- 4.1 氢氟酸($\rho=1.15$ g/mL)。
- 4.2 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)。
- 4.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。
- 4.4 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。
- 4.5 磷酸($\rho=1.69$ g/mL)。
- 4.6 硫酸-磷酸混合酸:于 300 mL 水中,边搅拌边缓慢加入 200 mL 硫酸(4.4)和 100 mL 磷酸(4.5),混匀。
- 4.7 硝酸银溶液(10 g/L),贮于棕色瓶中。
- 4.8 过硫酸铵溶液(200 g/L),用时配制。
- 4.9 硫酸锰溶液(40 g/L)。
- 4.10 氯化钠溶液(50 g/L)。
- 4.11 铬标准贮存溶液(1 mg/mL):称取 2.828 9 g 预先于 150 °C 烘 1 h 后,置于干燥器中冷却至室温的重铬酸钾(基准),置于烧杯中,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。
- 4.12 铬标准溶液(0.25 mg/mL):移取 25.00 mL 铬标准贮存溶液(4.11)置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。