



中华人民共和国国家标准

GB/T 4702.4—2008

代替 GB/T 4702.4—1984、GB/T 4702.7—1984

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

Chromium metal—Determination of iron content—
EDTA titrimetric method and flame atomic
absorption spectrometric method

2008-05-13 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本部分是对 GB/T 4702.4—1984《金属铬化学分析方法 EDTA 容量法测定铁量》和 GB/T 4702.7—1984《金属铬化学分析方法 原子吸收分光光度测定铁量》的整合修订。

本部分代替 GB/T 4702.4—1984 和 GB/T 4702.7—1984。

本部分与 GB/T 4702.4—1984 和 GB/T 4702.7—1984 比较,其主要变化如下:

- 采用盐酸、高氯酸代替高氯酸分解试料;
- 用氯化铵、六次甲基四胺代替氨水分离干扰;
- 用盐酸代替氯化钠挥除残铬。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:五矿(湖南)铁合金有限责任公司。

本部分主要起草人:黄燕、邓志红、李龙龙、王艳容、彭再强。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 4702.4—1984;
- GB/T 4702.7—1984。

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

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

本部分规定了乙二胺四乙酸二钠滴定法和火焰原子吸收光谱法测定金属铬中铁含量。

本部分适用于金属铬中铁含量的测定。测定范围(质量分数):0.10%~1.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试料的采取和制备

3 方法一:乙二胺四乙酸二钠滴定法

3.1 原理

试料用盐酸溶解,高氯酸冒烟,以氨水调至碱性以分离出大部分铬。用硝酸溶解氢氧化物沉淀,加入高氯酸冒烟,用盐酸生成氯化铬酰挥发残余铬,用水溶解盐类,调节 pH 值,以磺基水杨酸为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准溶液滴定,根据标准溶液消耗量,计算铁的含量。

3.2 试剂和材料

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与其纯度相当的水。

3.2.1 氯化铵,固体。

3.2.2 氨水, ρ 0.90 g/mL。

3.2.3 高氯酸, ρ 1.67 g/mL。

3.2.4 硝酸, ρ 1.42 g/mL。

3.2.5 盐酸, ρ 1.19 g/mL。

3.2.6 盐酸,1+1。

3.2.7 盐酸,1+2。

3.2.8 六次甲基四胺溶液,250 g/L。

3.2.9 六次甲基四胺溶液,5 g/L。

3.2.10 磺基水杨酸溶液,50 g/L。

3.2.11 氨性缓冲溶液,pH10。称取 67.5 g 氯化铵(3.2.1)溶于水中,加入 570 mL 氨水(3.2.2),用水稀释至 1 000 mL,混匀。

3.2.12 铁标准溶液,0.100 0 mg/mL。

3.2.12.1 称取 1.000 g 铁(99.90%以上)置于 300 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(3.2.7),加热分解,