**ICS 77**

**H 13**

YS

**中华人民共和国有色金属行业标准**

YS/T×××××—××××

 YS/T XXXX.2—201X

钴铬烤瓷合金化学分析方法

第2部分：铬量的测定

Methods for chemical analysis of Co-Cr ceramic alloy —

Part 2：Determination of chromium content—

Ammonium ferrous sulfate titration method

（预审稿）

201×-××-××实施

XXXX-XX-XX发布

201×-××-××发布

中华人民共和国工业和信息化部　发布

前 言

YS/T XXXX-201X《钴铬烤瓷合金化学分析方法》共分为4个部分：

——第1部分：钴量的测定 方法1：碘量法 方法2： 电位滴定法 ；

——第2部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；

——第3部分：硅量的测定 硅钼蓝光度法；

——第4部分：钨、钼、铁、钌、镓、镉、铍、镍量测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为YS/T XXXX-201X的第2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/TC243）提出并归口。

本标准由广东省工业分析检测中心负责起草。

本部分负责起草单位：广东省工业分析检测中心。

本部分参加起草单位：国标（北京）检验认证有限公司、北矿检测技术有限公司、广西冶金产品质检站、湖南有色金属研究院、西北有色金属研究院材料分析中心，深圳市中金岭南有色金属股份有限公司。

本部分主要起草人：

**钴铬烤瓷合金化学分析方法**

**第2部分：铬量的测定**

**硫酸亚铁铵滴定法**

**1 范围**

 本部分规定了钴铬烤瓷合金中铬含量的测定方法。

本部分适用于钴铬烤瓷合金中铬含量的测定，测定范围：20.00 %～30.00％。

**2 方法提要**

将试料置于聚四氟乙烯高压消解罐中，加入盐酸、硝酸和氢氟酸，于预热至150℃的烘箱中加热分解试样；或将试料置于微波消解仪中经盐酸、硝酸和氢氟酸溶解。在硫酸-磷酸介质中，以硝酸银为催化剂，用过硫酸铵将铬氧化成六价，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，计算出钴铬烤瓷合金中铬的含量。

**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（ρ1.19g/mL）。

3.2 硝酸（ρ1.42g/mL）。

3.3 氢氟酸（ρ1.14g/mL）。

3.4 磷酸（ρ1.66g/mL）。

3.5 硫酸(5+95)。

3.6硫酸(1+1)。

3.7硝酸银溶液(10g/L): 称取1.0g硝酸银溶于100mL水中，滴加数滴硝酸，贮存于棕色瓶中。

3.8 过硫酸铵溶液(200 g/L):现用现配。

3.9 氯化钠溶液（50 g/L）。

3.10 硫酸锰溶液（20 g/L）。

3.11铬标准溶液：称取5.6578g预先经150℃烘1h后，置于干燥器中冷却至室温的重铬酸钾基准试剂于烧杯中，用水溶解，移入1L容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含2.000mg铬。

3.12 硫酸亚铁铵标准滴定溶液（0.05mol/L）

3.12.1 配制：称取19g硫酸亚铁铵溶于硫酸(3.5)中，并用硫酸(3.5)稀释至1L，混匀，此溶液浓度为0.05mol/L。

3.12.2 标定：分别移取铬标准溶液（3.11）15mL于3个500mL锥形瓶中，加20mL硫酸(3.6)和10mL磷酸(3.4)，用水稀释至200mL，加3滴N-苯代邻氨基苯甲酸指示剂（3.13），用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液由玫瑰红色变为亮绿色为终点，记下所消耗的体积。再加相同量的铬标准溶液，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定至溶液由玫瑰红色转变为亮绿色为终点。两者消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积的差值，即为3滴苯代邻氨基苯甲酸溶液的校正值。将此值加入滴定所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积中(mL)再进行计算。3份铬标准溶液所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积(mL)的极差值，不超过0.05 mL，取其平均值。

 按式(1)计算硫酸亚铁铵标准滴定溶液相当于铬的质量：

  ……………………………………………（1）

式中：

*T* ——单位体积硫酸亚铁铵标准滴定溶液相当于铬的质量，单位为克每毫升(g/mL)；

*V*——移取铬标准溶液的毫升数，单位为毫升(mL)；

*V1* ——滴定所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积(包括指示剂校正值)的平均值，单位为毫升(mL)；

*C*——铬标准溶液的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)。

3.13 苯代邻氨基苯甲酸溶液（2 g/L）：称取0.2g苯代邻氨基苯甲酸置于200mL烧杯中，加0.2g无水碳酸钠，加20mL水加热溶解，用水稀释至100mL，混匀。

**4 仪器和设备**

4.1 微波消解仪

4.2 电热恒温干燥箱

**5 试样**

 样品应加工成屑状或粉末状。

**6 分析步骤**

**6.1 试料**

 称取试样0.20g，精确至0.0001g。

**6.2 测定次数**

 独立地进行两次测定，取其平均值。

**6.3 空白试验**

 随同试料做空白实验。

**6.4 测定**

**6.4.1试样的分解**

**6.4.1.1高压消解罐分解**

 将试料（6.1）置于聚四氟乙烯高压消解罐中，加入10mL盐酸（3.1）,3mL硝酸（3.2）和2mL氢氟酸（3.3），于预热至150℃的烘箱中加热溶解4小时，取下冷却后移入100mL塑料容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

**6.4.1.2 微波消解**

 将试料（6.1）置于消解罐内胆中，加入10mL盐酸（3.1）,3mL硝酸（3.2）和2mL氢氟酸（3.3），置于消解罐内胆中，放入微波消解仪，设置分解条件为第一步功率800 W、温度100 ℃、升温时间10 min、恒温时间5 min和第二步功率800 W、温度220 ℃、升温时间10 min、恒温时间15 min进行分解，冷却后取下，移入100mL塑料容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

**6.4.2 滴定**

 准确移取50ml试液于500 mL锥形瓶中，加入20mL硫酸（3.6）和10mL磷酸（3.4），蒸发至冒硫酸烟，取下冷却，用水吹洗杯壁，加热使可溶盐类溶解。溶液稍冷后，用水稀释至200mL，加入5mL硝酸银溶液（3.7），15mL过硫酸铵溶液（3.8），加入3滴硫酸锰溶液（3.10），加热煮沸至溶液呈深红色，铬全部氧化为止。继续煮沸溶液12~15min，分解过量的硫酸铵，稍冷却，加入10mL氯化钠溶液（3.9），继续煮沸5~10min，取下，流水冷却至室温。将得到的试液用硫酸亚铁铵标准滴定溶液（3.12）滴定至溶液呈浅黄色，加3滴N-苯代邻氨基苯甲酸指示剂（3.13），继续滴定至溶液由玫瑰红色转变为亮黄绿色为终点。

**6.4.3 结果计算：**

铬含量以铬的质量分数ωCr计，数值以%表示，按公式（2）计算：

  …………………………………………（2）

式中：

*T*—— 单位体积硫酸亚铁铵标准滴定溶液相当于铬的质量，单位为克每毫升(g/mL)；

*V2* ——滴定所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积(包括指示剂校正值)，单位为毫升(mL)；

*V0* ——滴定样品空白所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积(包括指示剂校正值)，单位为

毫升(mL)；

*m*——试料的质量，单位为克 (g)；

*2*——试液分取比例。

计算结果表示到小数点后2位。

**7 精密度**

**7.1 重复性**

在重复性条件下获得两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5%。重复性限（r）按表1数据采用线性内插法求得。

**表1 重复性限**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w*/% |  |  |  |  |  |
| *r*/% |  |  |  |  |  |

**7.2 再现性**

在再现性条件下获得两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%。再现性限（R）按表2数据采用线性内插法求得。

**表2 再现性限**

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *w* /% |  |  |  |  |  |
| *R*/% |  |  |  |  |  |

**8 试验报告**

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

*——* 试样；

*——* 本部分编号；

*——* 分析结果及其表示；

*——* 与基本分析步骤的差异；

*——* 测定中观察的异常现象；

*——*试验日期。