

中华人民共和国国家标准

硅铁化学分析方法 二苯基碳酰二肼光度法测定铬量

Methods for chemical analysis of ferrosilicon
The diphenylcarbazide photometric method for
the determination of chromium content

UDC 669.15/782
:543.42:546
.76
GB 4333.6—88

代替 GB 4333.6—84

1 主题内容与适用范围

本标准规定了二苯基碳酰二肼光度法测定铬量。

本标准适用于硅铁中铬量的测定。测定范围：0.100%~0.600%。

2 方法提要

试样用硝酸、氢氟酸溶解，高氯酸冒烟，以碳酸钠分离铁、锰等干扰元素。在硫酸介质中铬与二苯基碳酰二肼反应生成可溶性的紫红色络合物，于分光光度计波长550 nm处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.2 氢氟酸(ρ 1.15 g/mL)。

3.3 高氯酸(ρ 1.67 g/mL)。

3.4 硫酸(1+4)。

3.5 硝酸银溶液(5 mg/mL)。

3.6 过硫酸铵溶液(0.2 g/mL)。

3.7 碳酸钠溶液(0.2 g/mL)。

3.8 硫酸锰溶液(10 mg/mL)。

3.9 二苯基碳酰二肼乙醇溶液(2 mg/mL)：称取0.20 g二苯基碳酰二肼，置于150 mL烧杯中，加入10 mL乙酸，90 mL无水乙酸，搅拌使其溶解，用时配制。

3.10 酚酞乙醇溶液(1 mg/mL)。

3.11 铁溶液：称取86.34 g硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ ，置于300 mL烧杯中，用水溶解后，加入50 mL硫酸(3.4)，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10 mg铁。

3.12 锰溶液：称取2.749 g硫酸锰，置于300 mL烧杯中，用水溶解后，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含1 mg锰。

3.13 铬标准溶液：称取0.282 9 g已在150℃烘干并恒量的重铬酸钾基准试剂，置于150 mL烧杯中，用水溶解后，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含100 μg 铬。

4 试样

试样应通过0.125 mm筛孔。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取0.2000 g 试样。

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于铂皿中,加入5 mL 硝酸(3.1),滴加3~5 mL 氢氟酸(3.2),至试样完全溶解后,加入5 mL 高氯酸(3.3),于电炉上加热蒸发至冒高氯酸烟约3 min。取下稍冷,用水冲洗皿壁,继续加热蒸发至冒高氯酸烟约1 min。取下稍冷,加约20 mL 水,再加热使盐类溶解,移入200 mL 烧杯中,用水调整至体积约80 mL。

5.3.2 加入3 mL 硝酸银溶液(3.5)、5 mL 过硫酸铵溶液(3.6),于电炉上加热煮沸,使铬充分氧化并使过硫酸铵完全分解。取下稍冷,仔细加入碳酸钠溶液(3.7),使溶液约为pH 9(用pH试纸检验),加热至沸,取下冷却。滴加硫酸锰溶液(3.8)至红色消失。移入200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。干过滤,弃去最初流出的5~10 mL 溶液。移取20.00 mL 滤液(如含铬量大于0.40%,移取10.00 mL 滤液),置于100 mL 容量瓶中,滴加1滴酚酞乙醇溶液(3.10),用硫酸(3.4)中和至红色消失并过量1~2滴,加入3 mL 硫酸(3.4)、60 mL 水、5 mL 二苯基碳酰二肼乙醇溶液(3.9),混匀,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.3 将部分溶液移入1 cm 比色皿中,以随同试样所做空白溶液为参比,于分光光度计波长550 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的铬量。

5.4 工作曲线的绘制

5.4.1 移取0、1.00、3.00、5.00、7.00、9.00 mL 铬标准溶液(3.13),分别置于--组200 mL 烧杯中,加入15 mL 铁溶液(3.11)、1.5 mL 锰溶液(3.12)、4 mL 高氯酸(3.3),用水调整至体积约为80 mL,以下按5.3.2进行。

5.4.2 将部分溶液移入1 cm 比色皿中,以试剂空白为参比,于分光光度计波长550 nm 处测量其吸光度。以铬量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按下式计算铬的百分含量:

$$\text{Cr}(\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1} \times 100$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铬量,g;

V ——试液总体积,mL;

V_1 ——分取试液体积,mL;

m ——试样量,g。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
铭 量	允 许 差	
0.100~0.250	0.015	
>0.250~0.600	0.025	

附加说明：

本标准由南京铁合金厂起草。

本标准主要起草人王儒德、万美菊。