

HB

中华人民共和国航空工业标准

HB/Z 5105.1~5105.3-2000

电化学抛光溶液分析方法

2000-09-20 发布

2001-01-01 实施

国防科学技术工业委员会 批准

中华人民共和国航空工业标准

电化学抛光溶液分析方法 电位滴定法测定硫酸、磷酸的含量

HB/Z 5105.3-2000

代替 HB/Z 5105-78(三)

1 范围

本标准规定了采用电位滴定法测定电化学抛光溶液中硫酸、磷酸含量的方法原理、试剂、仪器、分析步骤及分析结果的计算。

本标准适用于电化学抛光溶液中硫酸、磷酸含量的测定。

测量范围:硫酸 390~430g/L;

磷酸 430~650g/L。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。在标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601-1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

HB/Z 5105.1-2000 电化学抛光溶液分析方法 电位滴定法测定三氧化铬的含量

HB/Z 5105.2-2000 电化学抛光溶液分析方法 电位滴定法测定三氧化二铬的含量

3 方法原理

基于酸碱中和反应。硫酸是强酸,磷酸、铬酸分别为三元酸、二元酸,用氢氧化钠标准滴定溶液进行中和滴定时,硫酸仅出现一个滴定终点,其 pH 值与磷酸、铬酸的第一个滴定终点相同。加亚铁氰化钾防止盐类水解。以玻璃电极为指示电极,饱和甘汞电极为参比电极,用氢氧化钠标准滴定溶液进行电位滴定。

4 试剂

4.1 亚铁氰化钾溶液:100g/L。

4.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH}) = 1\text{mol/L}$,配制和标定按 GB/T 601 进行。

5 仪器

5.1 玻璃电极。

- 5.2 饱和甘汞电极。
 5.3 酸度计或自动电位滴定仪:应具有 0.1pH 单位或 10mV 的精确度。
 5.4 磁力搅拌器。

6 分析步骤

- 6.1 取 1.00mL 试验溶液于 100mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。
 6.2 取 10.00mL(6.1)溶液于 250mL 烧杯中,加水 80mL,在中速搅拌下,浸泡电极 2min,用氢氧化钠标准滴定溶液(4.2)滴定至 pH4.5 为第一滴定终点。加亚铁氰化钾溶液(4.1)10~15mL,继续用氢氧化钠标准滴定溶液(4.2)滴定至 pH9.5 时为第二滴定终点。

7 分析结果的计算

按(1)式计算磷酸的含量:

$$\text{H}_3\text{PO}_4(\text{g/L}) = \frac{c(\text{NaOH}) \times V_2 \times 0.09799}{V_0} \times 1000 - A \times 0.9799 - B \times 3.8687 \quad \dots (1)$$

式中: $c(\text{NaOH})$ —— 氢氧化钠标准滴定溶液的浓度, mol/L;

V_2 —— 第二滴定终点耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积, ml;

V_0 —— 滴定时试验溶液的体积, ml;

0.09799 —— 与 1.00ml 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的磷酸的质量;

A —— 试验溶液中三氧化铬的含量, g/L, 按 HB/Z 5105.1 的计算结果;

B —— 试验溶液中三氧化二铬的含量, g/L, 按 HB/Z 5105.2 的计算结果;

0.9799 —— 三氧化铬换算为磷酸的换算系数;

3.8687 —— 三氧化二铬换算为磷酸的换算系数;

按(2)式计算硫酸的含量:

$$\text{H}_2\text{SO}_4(\text{g/L}) = \frac{c(\text{NaOH}) \times V_1 \times 0.04904}{V_0} \times 1000 - A \times 0.4904 - C \times 0.5005 \quad \dots (2)$$

式中: $c(\text{NaOH})$ 、 V_0 、A —— 同(1)式;

V_1 —— 第一滴定终点耗用氢氧化钠标准滴定溶液的体积, ml;

0.04904 —— 与 1.00ml 氢氧化钠标准滴定溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的硫酸的质量;

C —— 试验溶液中磷酸的含量, g/L;

0.4904 —— 三氧化铬换算为硫酸的换算系数;

0.5005 —— 磷酸换算为硫酸的换算系数。