

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
三氯化钛-重铬酸钾容量法
测定全铁量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.5—86

代替 GB 1363—78

Methods for chemical analysis of iron ores
The titanium chloride-potassium dichromate
volumetric method for the determination
of total iron content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中全铁量的测定。测定范围：20%以上。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

含钒量大于0.5%，不宜采用本法。

1 方法提要

试样用盐酸和氯化亚锡分解、过滤，滤液作为主液保存；残渣以氢氟酸处理，焦硫酸钾熔融，酸浸取后合并入主液。以钨酸钠为指示剂，用三氯化钛将高价铁还原成低价至生成“钨蓝”，再用重铬酸钾氧化至蓝色消失，加入硫磷混酸，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准溶液滴定，借此测定全铁量。

2 试剂

2.1 焦硫酸钾。

2.2 盐酸 ($\rho = 1.19\text{g/ml}$)。

2.3 盐酸 (1 + 9)。

2.4 盐酸 (1 + 99)。

2.5 氢氟酸 ($\rho = 1.15\text{g/ml}$)。

2.6 硫酸 (1 + 1)。

2.7 氯化亚锡溶液(6%)：称取6g氯化亚锡溶于20ml热盐酸(2.2)中，用水稀释至100ml，混匀。

2.8 钨酸钠溶液(25%)：称取25g钨酸钠溶于适量水中(若浑浊需过滤)，加5ml磷酸($\rho = 1.70\text{g/ml}$)，用水稀释至100ml，混匀。

2.9 硫磷混酸：将200ml硫酸($\rho = 1.84\text{g/ml}$)在搅拌下缓慢注入500ml水中，再加入300ml磷酸($\rho = 1.70\text{g/ml}$)，混匀。

2.10 三氯化钛(1 + 19)：取三氯化钛溶液(15~20%)用盐酸(2.3)稀释至20倍，加一层液体石蜡保护。

2.11 二苯胺磺酸钠溶液(0.2%)。

2.12 硫酸亚铁铵溶液 $C[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 约0.05mol/l：称取19.7克硫酸亚铁铵溶于硫酸(5 + 95)中，移入1000ml容量瓶中，用硫酸(5 + 95)稀释至刻度，混匀。

2.13 重铬酸钾标准溶液 $C(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.008333\text{mol/l}$ ：称取2.4515g预先在150℃烘干1h的重铬酸钾(基准试剂)溶于水，移入1000ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

国家标准局1986 08 19发布

1987 08 01实施

3 试样

3.1 一般试样粒度应小于 $100\mu\text{m}$ ，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，其粒度应小于 $160\mu\text{m}$ 。

3.2 预干燥不影响试样组成者应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备》进行。

4 分析步骤

4.1 测定数量

同一试样，在同一试验室，应由同一操作者在不同时间内进行2~4次测定。

4.2 试样量

称取0.2000g试样。

4.3 空白试验

随同试样做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

4.4 校正试验

随同试样分析同类型（指分析步骤相一致）的标准试样。

4.5 测定

4.5.1 试样的分解

4.5.1.1 将试样（4.2）置于250ml烧杯中，加20ml盐酸（2.2），低温加热10~20min，滴加氯化亚锡溶液（2.7）至浅黄色^①，继续加热10~20min（体积10ml左右）^②取下。加20ml温水，用中速滤纸（加少许纸浆）过滤，滤液收集于400ml烧杯中，用擦棒擦净杯壁，用热盐酸（2.4）洗烧杯2~3次，残渣7~8次，再用热水洗残渣6~7次，滤液作为主液保存。

注：① 加入氯化亚锡可帮助试样分解（如需分离则不必加氯化亚锡）。

氯化亚锡如过量，应滴加少量高锰酸钾溶液（0.4%）至溶液呈浅黄色。

② 溶样时如酸挥发太多，应适当补加盐酸（2.2），使最后滴定的溶液中盐酸量不少于10ml。

4.5.1.2 将残渣连同滤纸移入铂坩埚中，灰化，在 800°C 左右灼烧20min，冷却，加水润湿残渣，加4滴硫酸（2.6），加5ml氢氟酸（2.5），低温加热蒸发至三氧化硫白烟冒尽，取下，加2g焦硫酸钾（2.1），在 650°C 左右熔融约5min，冷却。将坩埚放入原250ml烧杯中，加50ml盐酸（2.3），加热浸取熔融物，溶解后，用水洗出坩埚，合并入主液。

4.5.2 还原、滴定

调整滴定溶液体积至150~200ml^③，加15滴钨酸钠溶液（2.8），用三氯化钛（2.10）滴至呈蓝色，再滴加重铬酸钾标准溶液（2.13）至无色（不计读数），立即加10ml硫磷混酸（2.9）、5滴二苯胺磷酸钠溶液（2.11），用重铬酸钾标准溶液（2.13）滴定至稳定的紫色。

注：① 氧化、还原和滴定时溶液温度控制在20~40℃较好。当铜量较高时，由于铜离子的催化作用，“靛蓝”颜色容易退色（退色完，立即用重铬酸钾滴定，对测定结果没有影响）。

当试样含铜大于0.5%时，于试液上加5ml过氧化氢（30%），煮沸5min，用氢氧化铵（ $\rho=0.90\text{g/ml}$ ）中和至沉淀产生，过量10ml，煮沸，待沉淀下降，用快速滤纸过滤，用热氢氧化铵（5+95）洗沉淀8~9次。沉淀用20ml盐酸（1+1）溶解，用热盐酸（2.4）洗至滤纸无色。溶液煮沸，用氯化亚锡溶液（2.7）还原至浅黄色。以下按4.5.2进行还原、滴定。

② 试样含钒量大于0.2%时，应加2~3滴高锰酸钾溶液（0.4%），加15滴钨酸钠溶液（2.8），再小心滴加三氯化钛（2.10）还原至浅蓝色，立即滴加重铬酸钾溶液（2.13）至无色，以下按4.5.2中用硫磷混酸、二苯胺磷酸钠，用重铬酸钾标准溶液滴定。

4.5.3 空白测定

空白试液滴定时，在加硫磷混酸（2.9）之前，加入6.00ml硫酸亚铁铵（2.12），滴定后记下消耗重铬酸钾标准溶液（2.13）的毫升数（A），再向溶液中加入6.00ml硫酸亚铁铵（2.12），再以重

铬酸钾标准溶液 (2.13) 滴至呈稳定紫色, 记下滴定的毫升数 (B), 则 $V_0 = A - B$ 即为空白值。

5 分析结果的计算

5.1 按下式计算全铁的百分含量:

$$T_{\text{Fe}} (\%) = \frac{(V - V_0) \times 0.0027925}{m} \times 100 \times K$$

式中: V —— 试样消耗重铬酸钾标准溶液的体积, ml;

V_0 —— 空白试验消耗重铬酸钾标准溶液的体积, ml;

m —— 试样量, g;

0.0027925 —— 1 ml 0.008333 mol/l 重铬酸钾标准溶液相当于铁量, g;

K —— 由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得的换算系数 (如使用预干燥试样则 $K = 1$), A 是 按 照

GB 6730.3—86《铁矿石化学分析方法重量法测定分析试样中吸湿水量》测定得到的吸湿水质量百分数。

5.2 分析值的验收:

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表1所列的允许差时, 则试样分析值有效, 否则无效, 应重新分析。分析值是否有效首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效值之差, 不大于表1所列允许差时, 则可予以平均, 计算为最终分析结果。如二者之差大于允许差时, 则应按附录A的规定, 进行追加分析和数据处理。

5.3 最终结果的计算:

试样的有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第四位, 并按数字修约规则的规定修约至小数第二位。

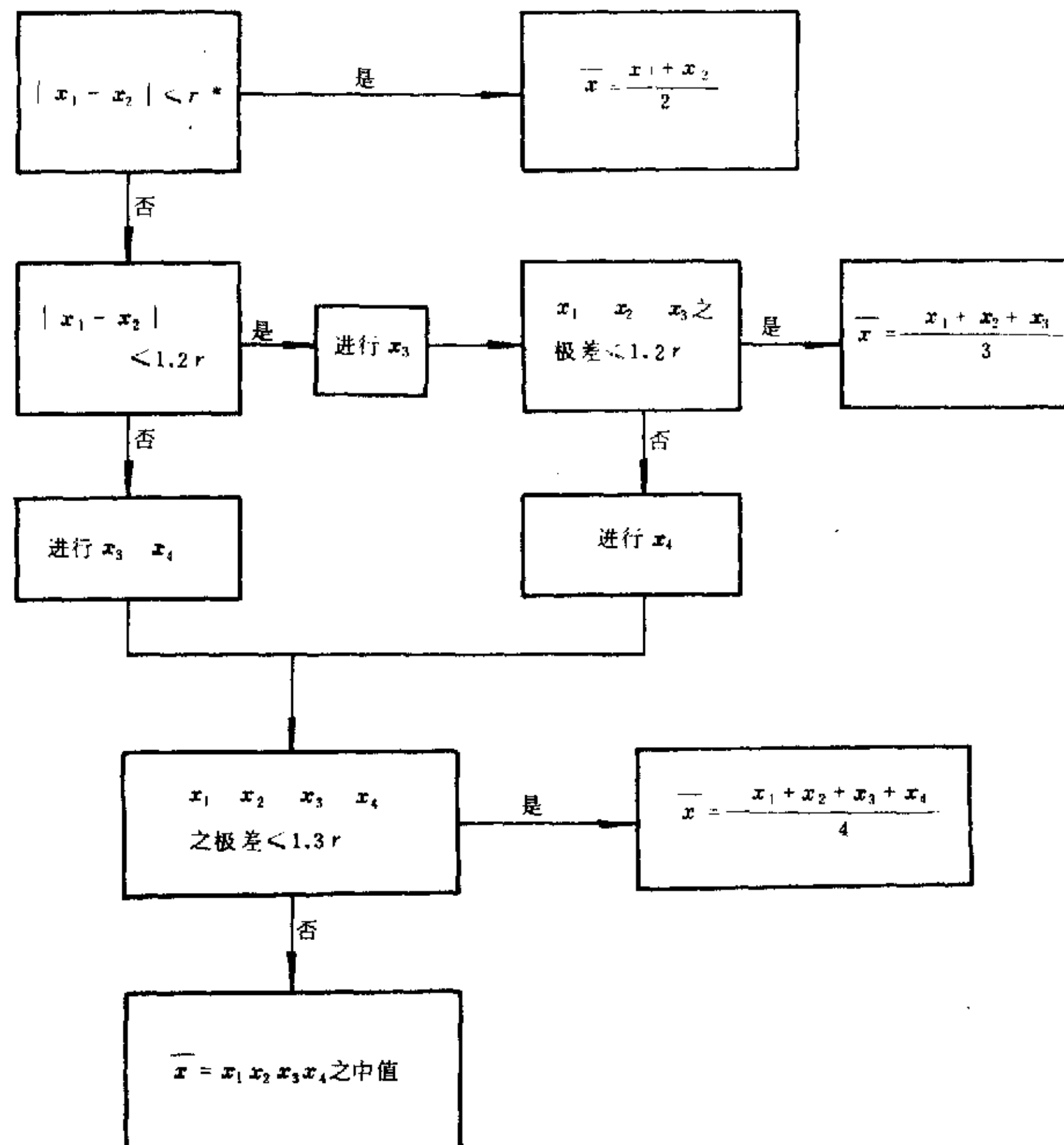
6 允许差

表 1

%

全 铁 量	标 样 允 许 差	试 样 允 许 差
≤ 50.00	± 0.14	0.20
> 50.00	± 0.21	0.30

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁公司负责起草。

本标准由鞍山冶金地质勘探公司起草。

本标准主要起草人王毓岳。

*r 即表 1 中所列允许差。