

铁矿石化学分析方法

重铬酸钾容量法测定亚铁量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.8—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The potassium dichromate volumetric method
for the determination of iron (II) content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中亚铁量的测定。测定范围： $>0.7\%$ 。
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》。

1. 方法提要

试样以三氯化铁浸取后，再加入盐酸使亚铁和金属铁均转入溶液中，以重铬酸钾容量法测得其含量，减去金属铁后，即得亚铁量。

其他还原态物质及高价锰等氧化态物质对本法存在干扰。

2 试剂

- 2.1 氟化钠。
- 2.2 碳酸氢钠。
- 2.3 盐酸 ($\rho = 1.19\text{g/ml}$)。
- 2.4 饱和碳酸氢钠溶液。
- 2.5 硫磷混合酸：于800ml水中，加入100ml硫酸 (1 + 1)，加入100ml磷酸 ($\rho = 1.70\text{g/ml}$)。
- 2.6 三氯化铁溶液 (3%)：称取30g三氯化铁 ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)，溶于1000ml水中，混匀（如溶液浑浊，应过滤后使用）。
- 2.7 二苯胺磺酸钠指示剂 (0.2%)。
- 2.8 重铬酸钾标准溶液 (0.0050mol/l)：称取1.4709g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。
- 2.9 硫酸亚铁铵溶液 (约0.03mol/l)：称取11.82g硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于硫酸 (5 + 95)中，移入1000ml容量瓶中，以硫酸 (5 + 95) 稀至刻度，混匀。

3 试样

- 3.1 一般试样粒度应小于100 μm ，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，其粒度应小于160 μm 。
- 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 将试样（4.2）置于300ml锥形瓶中，加入30ml三氯化铁溶液（2.6），电磁搅拌20min，加入约0.5g氟化钠（2.1）、30ml盐酸（2.3）、0.5~1g碳酸氢钠（2.2），迅速用带有导管的橡皮塞盖上瓶口，加热至沸，并保持微沸20~40min，使溶液体积蒸发至20~30ml，取下，将导管的一端迅速插入饱和碳酸氢钠溶液中（2.4），然后将锥形瓶冷却至室温，加入100ml硫酸混合酸（2.5）、5滴二苯胺磺酸钠指示剂（2.7），用重铬酸钾标准溶液（2.8）滴定至呈稳定的紫色。

4.5.2 向随同试样空白溶液中加入6.00ml硫酸亚铁铵溶液（2.9）、100ml硫酸混合酸（2.5），加5滴二苯胺磺酸钠指示剂（2.7），用重铬酸钾标准液（2.8）滴定至呈稳定紫色，记下消耗重铬酸钾标准溶液的毫升数（A），再向溶液中加入6.00ml硫酸亚铁铵溶液（2.9），再以重铬酸钾标准溶液滴定至呈稳定紫色。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 按式（1）计算亚铁百分含量：

$$\text{Fe (II) (\%)} = \frac{(V - V_0) \times 0.001676}{m} \times 100 \times K - 3 \times M_{\text{Fe}} \% \quad \text{..... (1)}$$

式中：V —— 滴定试样溶液所消耗的重铬酸钾标准液的体积，ml；

V_0 —— 滴定随同试样空白溶液所消耗的重铬酸钾标准溶液体积，ml；

m —— 试样量，g；

0.001676 —— 每毫升重铬酸钾标准溶液相当于铁的克数；

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分析值之差，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

%

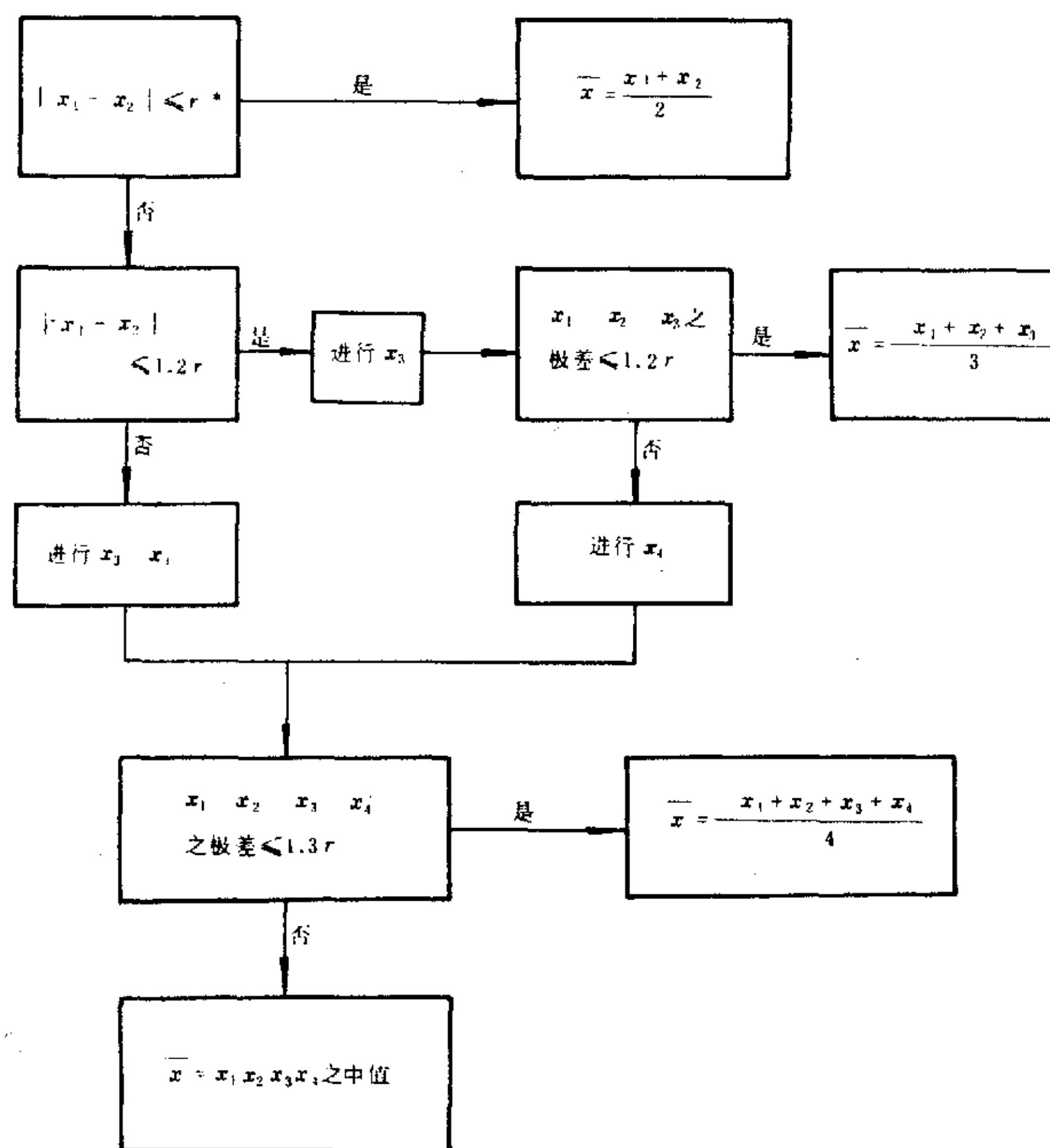
亚 铁 量	标 样 允 许 差	试 样 允 许 差
>1.00 ~ 2.00	± 0.15	0.20
>2.00 ~ 5.00	± 0.18	0.25
>5.00 ~ 10.00	± 0.21	0.30
>10.00 ~ 20.00	± 0.28	0.40
>20.00 ~ 30.00	± 0.35	0.50

7 氧化物的系数

按式 (2) 计算氧化亚铁百分含量:

$$\text{FeO}(\%) = 1.286 \times \text{Fe}(\text{II})\% \dots\dots\dots (2)$$

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。

本标准由浙江冶金研究所起草。

本标准主要起草人王起华。

自本标准实施之日起, 原冶金工业部部标准 YB 506—65 《钒钛磁铁矿化学分析方法》中亚铁的测定作废。

* r 即表 1 中所列允许差。