

ICS 73.060.30
D 33



中华人民共和国国家标准

GB/T 24225—2009

GB/T 24225—2009

铬矿石 全铁含量的测定 还原滴定法

Chromium ores—Determination of total iron content—
Titrimetric method after reduction

(ISO 6130:1985,MOD)

中华人民共和国
国家标准
铬矿石 全铁含量的测定
还原滴定法

GB/T 24225—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2009年11月第一版 2009年11月第一次印刷

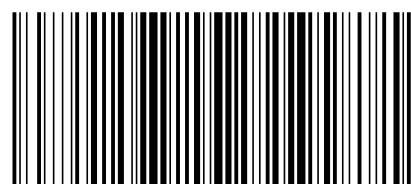
*

书号:155066·1-38998 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 24225—2009

2009-07-15 发布

2010-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准修改采用 ISO 6130:1985《铬矿石 全铁含量的测定 还原滴定法》(英文版)。

本标准与 ISO 6130:1985 相比较,主要做了如下修改:

——在“2 规范性引用文件”中用国家标准代替对应的国际标准;

——增加了“6 取样和制样”条款;

——增加了“7.1 测定次数”条款;

——增加了“10 试验报告”条款;

——“7.5 还原和滴定”中用三氯化钛还原法代替氯化汞法。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国生铁及铁合金标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:中华人民共和国天津出入境检验检疫局、冶金工业信息标准研究院、宁波检验检疫科学技术研究院。

本标准主要起草人:魏红兵、马德起、谷松海、苏明跃、冯宇新、王振坤、宋义、陈自斌。

在烧杯上方用热盐酸(4.5)冲洗坩埚,冲掉所有熔融物颗粒,然后再用热盐酸(4.5)冲洗5次~6次。

加热溶液至残渣溶解完全。用水稀释至350 mL~400 mL,加入1 mL过氧化氢(4.17),混匀。加入氨水(4.13)直到氢氧化物沉淀产生,再过量加入氨水(4.13)5 mL。

7.5 还原和滴定

将烧杯中含有氢氧化物沉淀的溶液加热至恰好在沸点下,使沉淀凝聚2 min~3 min,用中速滤纸过滤。用热氯化氨溶液(4.15)洗涤烧杯及滤纸上的沉淀5次~6次。

用水将产生的沉淀冲洗到原产生沉淀的烧杯中。用30 mL~35 mL的热盐酸(4.5)洗涤滤纸,然后用热水洗涤5次~6次,收集洗液于同一烧杯中。加热直至氢氧化铁沉淀溶解。

将溶液低温蒸发至30 mL~40 mL,用盐酸(4.6)冲洗烧杯内壁和玻璃表面皿,在加热的情况下,一边搅拌,一边滴加氯化亚锡溶液(4.16)至溶液呈淡黄色(空白试验及铁的质量分数在5%以下的试料可不必用氯化亚锡溶液还原)。加水至150 mL~200 mL,加2 mL钨酸钠溶液(4.21),滴加三氯化钛溶液(4.20)至出现稳定蓝色。以重铬酸钾标准溶液(4.18)滴定至无色(不记读数),加入40 mL硫磷混酸(4.14),3滴~5滴二苯胺磺酸钠指示剂溶液(4.22)或3滴二苯胺磺酸钡指示剂溶液(4.23),然后用重铬酸钾标准溶液(4.18)滴定至溶液绿色消失,变成蓝绿色,最后变成紫红色。

8 结果计算

按式(1)计算全铁含量 $w(\text{Fe})$ (质量分数),用百分数表示(%):

$$w(\text{Fe}) = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times 55.85}{m \times 1000} \times K \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——重铬酸钾标准溶液(4.18)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_1 ——滴定试料所消耗的重铬酸钾标准溶液(4.18)的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料量,单位为克(g);

V_0 ——滴定加入硫酸亚铁铵溶液校正的空白试验所消耗的重铬酸钾标准溶液(4.18)的体积,单位为毫升(mL);

55.85——铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

K ——以干态计时铁含量的换算因子。

氧化物因子

$$w(\text{FeO}) = 1.2865 \times w(\text{Fe}) \dots\dots\dots (2)$$

9 允许差

两个独立分析结果的差值不大于表2所列允许差。

表2 允许差 %

全铁含量(质量分数)	允许差
0.50~1.00	0.10
>1.00~2.00	0.14
>2.00~4.00	0.20
>4.00~8.00	0.25
>8.00~16.00	0.30
>16.00~32.00	0.40

铬矿石 全铁含量的测定
还原滴定法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法律法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了还原后重铬酸钾滴定法测定铬矿石中全铁含量。

本标准适用于铬矿石中全铁含量的测定。测定范围(质量分数):0.5%~32%,本标准应遵守GB/T 24228的有关规定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)
- GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管(GB/T 12805—1991,neq ISO 385:1984)
- GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(GB/T 12806—1991,eqv ISO 1042:1983)
- GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(GB/T 12808—1991,eqv ISO 648:1977)
- GB/T 24228 铬矿石和铬精矿 化学分析方法 通则(GB/T 24228—2009,ISO 6629:1981,MOD)
- GB/T 24220 铬矿石 分析样品中湿存水的测定 重量法(GB/T 24220—2009,ISO 6129:1981,MOD)
- GB/T 24243 铬矿石 采取份样(GB/T 24243—2009,ISO 6153:1989,IDT)
- ISO 6154 铬矿石 样品制备

3 原理

试料用硝酸、硫酸和高氯酸分解或用过氧化钠熔融,用水浸出熔块。用氨水沉淀氢氧化铁,分离沉淀,然后将沉淀溶解于盐酸中。蒸发溶液,用氯化亚锡将大部分三价铁还原成二价铁,以钨酸钠为指示剂,用三氯化钛将剩余三价铁还原成二价铁,以重铬酸钾氧化过量的三氯化钛。

4 试剂

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水,符合GB/T 6682的规定。

4.1 碳酸钠,无水或在500℃预灼烧。

4.2 过氧化钠(Na_2O_2),干粉。

注:过氧化钠应尽可能干燥,一旦结块就不能使用。

4.3 盐酸, ρ 1.19 g/mL。

4.4 盐酸,1+2。

4.5 盐酸,1+9。