

焊条用还原钛铁矿粉中亚铁量的测定

Determination of ferrous iron content in reduced
ilmenite powder for welding rod

本标准适用于焊条用还原钛铁矿粉中亚铁量的测定。测定范围:1%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》。

1 方法提要

测定分两步进行:

1.1 在隔绝空气下,试样用氯化铵、硫酸、盐酸溶解,用重铬酸钾标准溶液滴定,计算金属铁及亚铁含量的百分含量(A)。

1.2 试样中准确加入过量的三氯化铁溶液浸取金属铁,再用硝酸亚汞标准溶液回滴滤液中剩余的三价铁,计算出金属铁的百分含量(B)。

两个测定结果之差(A-B)即为亚铁的百分含量。

2 试剂和材料

2.1 氯化铵。

2.2 硫酸(1+1)。

2.3 盐酸(ρ 1.19 g/ml)。

2.4 饱和硼酸溶液。

2.5 高氯酸(1+1)。

2.6 磷酸(ρ 1.70 g/ml)。

2.7 二苯胺磺酸钠溶液(0.5%)。

2.8 重铬酸钾标准溶液 [$C(K_2Cr_2O_7) = 0.008335 \text{ mol/l}$];称取 4.9035 g 重铬酸钾基准试剂,加水溶解,移入 2000ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

2.9 三氯化铁溶液(10%):称取 100 g 三氯化铁($FeCl_3 \cdot 6H_2O$),溶于 600 ml 水中,过滤,用水稀释至 1000ml,摇匀。

2.10 铁标准溶液:称取 0.5000 g 纯铁粉(99.9%以上),加入 20 ml 盐酸(2.3)、5 ml 硝酸(ρ 1.42 g/ml),加热溶解,加水至体积约 100 ml,加热煮沸,逐去氮氧化物,冷却,移入 250 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 ml 含 2.00 mg 铁。

2.11 硫氰酸铵溶液(20%)。

2.12 硝酸亚汞标准溶液 $C[Hg_2(NO_3)_2 \cdot 2H_2O] = 0.025 \text{ mol/l}$ 。

2.12.1 配制 称取 14 g 硝酸亚汞,加入 200 ml 水及 20 ml 硝酸(ρ 1.42 g/ml)。搅拌溶解后,加入 1 g 尿素,充分搅拌除去氮氧化物,过滤于 1000ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。置于暗处保存。

2.12.2 标定 移取 25.00 ml 铁标准溶液(2.10)、加水至体积约 100 ml,加入 10 ml 硫酸(2.2)、15 ml 硫氰酸铵溶液(2.11),用硝酸亚汞标准溶液(2.12.1)滴定至溶液无色。

按下式计算硝酸亚汞对金属铁的滴定度(T)。