

5.2.4 结果计算

铁(Fe)的含量以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(3)计算:

$$w_2 = \frac{c \times (V - V_0) \times M \times 10^{-3}}{m} \times 100$$

$$= \frac{c \times (V - V_0) \times 5.585}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c ——重铬酸钾标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——试料溶液所消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白溶液所消耗重铬酸钾标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——试料质量的数值,单位为克(g);

M ——铁(Fe)摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=55.85$)。

计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

6 允许差

平行测定结果的绝对差值不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差 %

铁(Fe)含量	允许差
≤30.00	0.40
>30.00	0.60

GB/T 2463—2008



中华人民共和国国家标准

GB/T 2463—2008

代替 GB/T 2463.1—1996, GB/T 2463.2—1996

硫铁矿和硫精矿中全铁含量的测定 硫酸铈容量法和重铬酸钾容量法

Pyrites and concentrate—Determination of total iron content—
Cerium sulfate volumetric and potassium dichromate volumetric methods



GB/T 2463—2008

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-32513

定价: 10.00 元

2008-05-14 发布

2008-10-01 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

式中：

c ——硫酸铈标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

V ——试料溶液所消耗硫酸铈标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_0 ——空白溶液所消耗硫酸铈标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

m ——试料质量的数值，单位为克(g)；

M ——铁(Fe)摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=55.85$)。

计算结果表示到小数点后两位，取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

5.2 重铬酸钾容量法

5.2.1 方法提要

试样以氢氧化钠、过氧化钠熔融，在盐酸介质中，用二氯化锡还原大部分三价铁离子，以钨酸钠为指示剂，用三氯化钛还原剩余的三价铁离子至生成“钨蓝”。然后用重铬酸钾氧化过量三氯化钛至蓝色恰好消失，以二苯胺磺酸钠为指示剂，以重铬酸钾标准滴定溶液滴定，即可求出全铁含量。

5.2.2 试剂和溶液

5.2.2.1 氢氧化钠。

5.2.2.2 过氧化钠。

5.2.2.3 盐酸。

5.2.2.4 二氯化锡溶液：50 g/L。称取 5 g 二氯化锡溶于 20 mL 热盐酸中，用水稀释至 100 mL，混匀。

5.2.2.5 钨酸钠溶液：250 g/L。称取 25 g 钨酸钠溶于适量水中，加 5 mL 磷酸，用水稀释至 100 mL，混匀，存放于棕色试剂瓶中。

5.2.2.6 三氯化钛溶液：量取 10 mL 15% 三氯化钛溶液，加入 20 mL 盐酸，用水稀释至 100 mL，混匀，存放于棕色试剂瓶中，上面再加一层液态石蜡。使用期 15 d 左右。

5.2.2.7 硫酸-磷酸混合溶液：在搅拌下将 200 mL 硫酸缓慢加入 500 mL 水中，冷却后加入 300 mL 磷酸，混匀。

5.2.2.8 硫酸亚铁铵溶液：0.05 mol/L。称取 1.96 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于少量水中，加入 10 滴硫酸，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.2.2.9 重铬酸钾标准滴定溶液： $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.04000$ mol/L。称取 1.9612 g 已于 150℃ 干燥 1 h 的重铬酸钾(基准试剂)于烧杯中，以适量水溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

5.2.2.10 二苯胺磺酸钠指示液：5 g/L。称取 0.5 g 二苯胺磺酸钠，溶于 100 mL 水中，加入二滴硫酸，混匀，存放于棕色试剂瓶中。

5.2.3 分析步骤

5.2.3.1 称取约 0.1 g 试样(精确至 0.0002 g)，置于铺有 2 g 氢氧化钠的刚玉坩埚中，上面再覆盖 1 g 过氧化钠。

5.2.3.2 将坩埚置于高温炉中，从低温缓慢升高温度至 650℃，保持 15 min。取出坩埚并转动，稍冷，置于 250 mL 烧杯中，加入 50 mL 热水，待剧烈作用停止后，加入 25 mL 盐酸，洗出坩埚，加热浓缩至体积 70 mL 以下。

5.2.3.3 趁热滴加二氯化锡溶液至溶液呈浅黄色，冷却，加水至 150 mL。加入 10 滴钨酸钠溶液，用三氯化钛溶液滴至蓝色，再滴加重铬酸钾标准滴定溶液至恰呈无色(不计读数)。

5.2.3.4 立即加入 6 mL 硫酸-磷酸混合溶液、二滴二苯胺磺酸钠指示液，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至稳定的紫色为终点(记录此次用量)。

5.2.3.5 空白试验：随同试样操作，仅还原时不加二氯化锡溶液，在加入 6 mL 硫酸-磷酸混合溶液后，用移液管加入 5.0 mL 硫酸亚铁铵溶液，二滴二苯胺磺酸钠指示液，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至稳定的紫色，所消耗的体积为 A 。再加入 5.0 mL 硫酸亚铁铵溶液，再用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至稳定的紫色，所消耗的体积为 B 。空白溶液所消耗体积则为 $V_0=A-B$ 。

中华人民共和国
国家标准
硫铁矿和硫精矿中全铁含量的测定
硫酸铈容量法和重铬酸钾容量法

GB/T 2463—2008

*

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 0.5 字数 8 千字

2008 年 8 月第一版 2008 年 8 月第一次印刷

*

书号：155066·1-32513 定价 10.00 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

5.1.2.9 硫酸铈标准滴定溶液： $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2]=0.02 \text{ mol/L}$ 。

5.1.2.9.1 配制

称取 16 g 硫酸铈 $[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 1 000 mL 水中，在不断搅拌下加入 20 mL 硫酸，冷却，稀释到 2 000 mL，混匀。

5.1.2.9.2 标定

用移液管吸取 25.0 mL 铁基准溶液置于 250 mL 烧杯中，盖上表面皿，加入 60 mL 水、20 mL 盐酸溶液、10 mL 次亚磷酸钠溶液，加热煮沸 2 min，再加入 1 mL 亚硫酸钠溶液，煮沸 1 min 直至黄色褪尽，取下冷却。加入 6 mL 硫酸-磷酸混合溶液，二滴二苯胺磺酸钠指示液，用硫酸铈标准滴定溶液滴定至稳定的紫色为终点。

5.1.2.9.3 空白测定

随同标定操作，仅还原时不加次亚磷酸钠溶液，在加入 6 mL 硫酸-磷酸混合溶液后，用移液管加入 5.0 mL 硫酸亚铁铵溶液，二滴二苯胺磺酸钠指示液，用硫酸铈标准滴定溶液滴定至稳定的紫色，所消耗的体积为 A 。再加入 5.0 mL 硫酸亚铁铵溶液，再用硫酸铈标准滴定溶液滴定至稳定的紫色，所消耗的体积为 B 。空白溶液所消耗体积则为 $V_0=A-B$ 。

硫酸铈标准滴定溶液浓度的准确数值 c 按式(1)计算：

$$\begin{aligned} c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2] &= \frac{m}{(V-V_0) \times M \times 10^{-3}} \\ &= \frac{m}{(V-V_0) \times 0.05585} \quad \dots\dots\dots(1) \end{aligned}$$

式中：

$c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2]$ ——硫酸铈标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——铁基准溶液所含铁质量的数值，单位为克(g)；

V ——铁基准溶液所消耗硫酸铈标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

V_0 ——空白测定所消耗硫酸铈标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升(mL)；

M ——铁(Fe)摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)($M=55.85$)。

5.1.2.10 二苯胺磺酸钠指示液：5 g/L。称取 0.5 g 二苯胺磺酸钠，溶于 100 mL 水中，加入二滴硫酸混匀，存放于棕色试剂瓶中。

5.1.3 分析步骤

5.1.3.1 称取约 0.1 g 试样(精确至 0.000 2 g)，置于铺有 2 g 氢氧化钠的刚玉坩埚中，上面再覆盖 1 g 过氧化钠。

5.1.3.2 将坩埚置于高温炉中，从低温缓慢升高温度至 650℃，保持 15 min。取出坩埚并转动，稍冷，置于 250 mL 烧杯中，加入 50 mL 热水，待剧烈作用停止后，加入 30 mL 盐酸溶液，洗出坩埚。

5.1.3.3 加入 10 mL 次亚磷酸钠溶液，加热煮沸 2 min，再加入 1 mL 亚硫酸钠溶液，煮沸 1 min 直至黄色褪尽，取下冷却。

5.1.3.4 加入 6 mL 硫酸-磷酸混合溶液，二滴二苯胺磺酸钠指示液，用硫酸铈标准滴定溶液滴定至稳定的紫色为终点。

5.1.3.5 空白试验：随同试样操作，仅还原时不加次亚磷酸钠溶液，空白值的测定按 5.1.2.9.3 进行。

5.1.4 结果计算

铁(Fe)的含量以质量分数 w_1 计，数值以%表示，按式(2)计算：

$$\begin{aligned} w_1 &= \frac{c \times (V-V_0) \times M \times 10^{-3}}{m} \times 100 \\ &= \frac{c \times (V-V_0) \times 5.585}{m} \quad \dots\dots\dots(2) \end{aligned}$$

前 言

本标准代替 GB/T 2463.1—1996《硫铁矿和硫精矿中全铁含量的测定 第 1 部分：硫酸铈容量法》和 GB/T 2463.2—1996《硫铁矿和硫精矿中全铁含量的测定 第 2 部分：三氯化钛-重铬酸钾容量法》，将这两项标准合并成一项标准，分为两个方法。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由化学工业化学矿标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：中蓝连海设计研究院。

本标准主要起草人：张晓梅、王和平。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB 2463—1981, GB/T 2463.1—1996；

——GB/T 2463.2—1996。