

高钛渣、金红石化学分析方法 第 2 部分：全铁量的测定 重铬酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of high titanium slag and rutile—
Part 2: Determination of total iron content—
Potassium dichromate titration

中华人民共和国有色金属
行业标准
高钛渣、金红石化学分析方法
第 2 部分：全铁量的测定
重铬酸钾滴定法
YS/T 514.2—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 0.5 字数 8 千字
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

*
书号：155066·2-20581 定价 14.00 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



YS/T 514.2-2009

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

4.2 试样需预先在 105℃~110℃烘 2 h,置于干燥器中,冷却至室温。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.2 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 测定次数

做 3 份试料的平行测定,取其平均值。

5.3 空白试验

5.3.1 将试料(5.1)置于刚玉坩埚中,加入 4 g 过氧化钠(3.1),盖上坩埚盖并稍留缝隙,置于电炉上烘烤至熔剂呈焦黄色,移入 750℃~800℃高温炉中熔融 4 min~6 min。取出,冷却。用滤纸擦净坩埚外壁,置于 300 mL 烧杯中,盖上表面皿,沿杯嘴加入 30 mL 水,待熔块全部溶解后,用水洗净坩埚及盖,取出。将溶液煮沸 3 min,取下,冷却。加入 40 mL 盐酸(3.2),加水稀释至 100 mL~150 mL,加入 10 滴钨酸钠溶液(3.7),滴加三氯化钛溶液(3.8)至溶液呈蓝色,立即用重铬酸钾标准滴定溶液(3.11)滴定至无色,不计读数。

5.3.2 加入 5.00 mL 硫酸亚铁铵(3.10)、10 mL 硫酸-磷酸混合酸(3.4)及 2 滴二苯胺磺酸钠溶液(3.9),用与滴定试料溶液时相同的重铬酸钾标准滴定溶液(3.11 或 3.12)滴定至溶液呈现稳定的紫色。记下所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的毫升数(a),重复加入 5.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(3.10),仍用重铬酸钾标准滴定溶液(3.11 或 3.12)滴定,直至所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液(3.11 或 3.12)体积为恒定值(b)时,则空白试验所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液(3.11 或 3.12)体积 V_0 为 a 值与 b 值之差。

5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于已盛有 3 g 过氧化钠(3.1)的 30 mL 刚玉坩埚中,再覆盖 1 g 过氧化钠,盖上坩埚盖并稍留缝隙,置于电炉上烘烤至熔剂呈焦黄色,移入 750℃~800℃高温炉中熔融 4 min~6 min。取出,冷却。

5.4.2 用滤纸擦净坩埚外壁,置于 300 mL 烧杯中,盖上表面皿,沿杯嘴加入 40 mL 盐酸(3.2),待熔融物全部溶解后,用少量盐酸(3.3)洗涤坩埚及盖,再用水洗净,取出。

5.4.3 将溶液(5.4.2)加热至近沸,在搅拌下滴入氯化亚锡溶液(3.5)至溶液呈浅黄色,然后滴加高锰酸钾溶液(3.6)使溶液黄色稍变深。冷却至 35℃以下,加水稀释至体积为 100 mL~150 mL。

5.4.4 加入 10 滴钨酸钠溶液(3.7),滴加三氯化钛溶液(3.8)至溶液呈蓝色(当试样中含 0.2 mg~3.0 mg 铜时,三氯化钛溶液应加至溶液呈较深蓝色,然后将溶液放置至蓝色消失,溶液呈无色并保持 5 s~10 s,不再用重铬酸钾标准滴定溶液氧化),立即用重铬酸钾标准滴定溶液(3.11)滴定至无色(如果溶液不呈无色,系氯化亚锡溶液加入量不足,测得的铁量偏低,需重新分析)。

5.4.5 立即加入 10 mL 硫酸-磷酸混合酸(3.4)及 2 滴二苯胺磺酸钠溶液(3.9),用重铬酸钾标准滴定溶液(试料中全铁量小于 7.50%时,用重铬酸钾标准滴定溶液 A(3.11)滴定;试料中全铁量为 7.50%~15.00%时,用重铬酸钾标准滴定溶液 B(3.12)滴定)滴定至溶液呈现稳定的紫色。

6 分析结果的计算

全铁量以全铁的质量分数 $w_{\Sigma\text{Fe}}$ 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_{\Sigma\text{Fe}} = \frac{c(V - V_0) \times 6 \times 55.85 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定试液中所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——重铬酸钾标准滴定溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

前 言

YS/T 514《高钛渣、金红石化学分析方法》分为 10 个部分:

——第 1 部分:二氧化钛量的测定 硫酸铁铵滴定法;

——第 2 部分:全铁量的测定 重铬酸钾滴定法;

——第 3 部分:硫量的测定 高频红外吸收法;

——第 4 部分:二氧化硅量的测定 称量法、钼蓝分光光度法;

——第 5 部分:氧化铝量的测定 EDTA 滴定法;

——第 6 部分:一氧化锰量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 7 部分:氧化钙、氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 8 部分:磷量的测定 铈钼蓝分光光度法;

——第 9 部分:氧化钙、氧化镁、一氧化锰、磷、三氧化二铬和五氧化二钒量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法;

——第 10 部分:碳量的测定 高频红外吸收法。

本部分为 YS/T 514 的第 2 部分。

本部分代替 YS/T 514.2—2006《高钛渣、金红石化学分析方法 重铬酸钾容量法测定全铁量》。

本部分与 YS/T 514.2—2006 相比,主要变化如下:

——测定范围从 1.00%~15.00%调整为 0.40%~15.00%;

——增加了重复性限和质量保证与控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位:遵义钛业股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位:金川集团有限公司、抚顺钛业有限公司。

本部分主要起草人:向伦强、赵以容、白淑筠、庄军、喻生洁、马玉萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4102.2—1983;

——YS/T 514.2—2006。