

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
三氯化钛-重铬酸钾容量法
测定全铁量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.5—86

代替 GB 1363—78

Methods for chemical analysis of iron ores
The titanium chloride-potassium dichromate
volumetric method for the determination
of total iron content

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中全铁量的测定。测定范围：20%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》。
含钒量大于0.5%，不宜采用本法。

1 方法提要

试样用盐酸和氯化亚锡分解、过滤，滤液作为主液保存；残渣以氢氟酸处理，焦硫酸钾熔融，酸浸取后合并入主液。以钨酸钠为指示剂，用三氯化钛将高价铁还原成低价至生成“钨蓝”，再用重铬酸钾氧化至蓝色消失，加入硫磷混酸，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准溶液滴定，借此测定全铁量。

2 试剂

- 2.1 焦硫酸钾。
- 2.2 盐酸 ($\rho = 1.19\text{g/ml}$)。
- 2.3 盐酸 (1 + 9)。
- 2.4 盐酸 (1 + 99)。
- 2.5 氢氟酸 ($\rho = 1.15\text{g/ml}$)。
- 2.6 硫酸 (1 + 1)。
- 2.7 氯化亚锡溶液(6%)：称取6g氯化亚锡溶于20ml热盐酸(2.2)中，用水稀释至100ml，混匀。
- 2.8 钨酸钠溶液(25%)：称取25g钨酸钠溶于适量水中(若浑浊需过滤)，加5ml磷酸($\rho = 1.70\text{g/ml}$)，用水稀释至100ml，混匀。
- 2.9 硫磷混酸：将200ml硫酸($\rho = 1.84\text{g/ml}$)在搅拌下缓慢注入500ml水中，再加入300ml磷酸($\rho = 1.70\text{g/ml}$)，混匀。
- 2.10 三氯化钛(1 + 19)：取三氯化钛溶液(15~20%)用盐酸(2.3)稀释至20倍，加一层液体石蜡保护。
- 2.11 二苯胺磺酸钠溶液(0.2%)。
- 2.12 硫酸亚铁铵溶液 $C[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 约0.05mol/l：称取19.7克硫酸亚铁铵溶于硫酸(5 + 95)中，移入1000ml容量瓶中，用硫酸(5 + 95)稀释至刻度，混匀。
- 2.13 重铬酸钾标准溶液 $C(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.008333\text{mol/l}$ ：称取2.4515g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。

国家标准局1986 08 19发布

1987 08 01实施

3 试样

3.1 一般试样粒度应小于 $100\mu\text{m}$ ，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，其粒度应小于 $160\mu\text{m}$ 。

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 试样的分解

4.5.1.1 将试样（4.2）置于250ml烧杯中，加20ml盐酸（2.2），低温加热10~20min，滴加氯化亚锡溶液（2.7）至浅黄色¹⁾，继续加热10~20min（体积10ml左右）²⁾取下。加20ml温水，用中速滤纸（加少许纸浆）过滤，滤液收集于400ml烧杯中，用擦棒擦净杯壁，用热盐酸（2.4）洗烧杯2~3次，残渣7~8次，再用热水洗残渣6~7次，滤液作为主液保存。

注：1) 加入氯化亚锡可帮助试样分解（如需分离则不必加氯化亚锡）。

氯化亚锡如过量，应滴加少量高锰酸钾溶液（0.4%）至溶液呈浅黄色。

2) 溶样时如酸挥发太多，应适当补加盐酸（2.2），使最后滴定的溶液中盐酸量不少于10ml。

4.5.1.2 将残渣连同滤纸移入铂坩埚中，灰化，在 800°C 左右灼烧20min，冷却，加水润湿残渣，加4滴硫酸（2.6），加5ml氢氟酸（2.5），低温加热蒸发至三氧化硫白烟冒尽，取下，加2g焦硫酸钾（2.1），在 650°C 左右熔融约5min，冷却。将坩埚放入原250ml烧杯中，加50ml盐酸（2.3），加热浸取熔融物，溶解后，用水洗出坩埚，合并入主液。

4.5.2 还原、滴定

调整滴定溶液体积至 $150\sim 200\text{ml}$ ¹⁾，加15滴钨酸钠溶液（2.8），用三氯化钛（2.10）滴至呈蓝色，再滴加重铬酸钾标准溶液（2.13）至无色（不计读数），立即加10ml硫磷混酸（2.9）、5滴二苯胺磷酸钠溶液（2.11），用重铬酸钾标准溶液（2.13）滴定至稳定的紫色。

注：1) 氧化、还原和滴定时溶液温度控制在 $20\sim 40^{\circ}\text{C}$ 较好。当铜量较高时，由于铜离子的催化作用，“靛蓝”颜色容易退色（退色完，立即用重铬酸钾滴定，对测定结果没有影响）。

当试样含铜大于0.5%时，于试液中加入5ml过氧化氢（30%），煮沸5min，用氢氧化铵（ $\rho=0.90\text{g/ml}$ ）中和至沉淀产生，过量10ml，煮沸，待沉淀下降，用快速滤纸过滤，用热氢氧化铵（5+95）洗沉淀8~9次。沉淀用20ml盐酸（1+1）溶解，用热盐酸（2.4）洗至滤纸无色。溶液煮沸，用氯化亚锡溶液（2.7）还原至浅黄色。以下按4.5.2进行还原、滴定。

2) 试样含铜量大于0.2%时，应加2~3滴高锰酸钾溶液（0.4%），加15滴钨酸钠溶液（2.8），再小心滴加三氯化钛（2.10）还原至浅蓝色，立即滴加重铬酸钾溶液（2.13）至无色，以下按4.5.2中硫磷混酸、二苯胺磷酸钠，用重铬酸钾标准溶液滴定。

4.5.3 空白测定

空白试液滴定时，在加硫磷混酸（2.9）之前，加入6.00ml硫酸亚铁铵（2.12），滴定后记下消耗重铬酸钾标准溶液（2.13）的毫升数（A），再向溶液中加入6.00ml硫酸亚铁铵（2.12），再以重