

钛铁化学分析方法
过硫酸盐-亚砷酸盐容量法测定锰量

Methods for chemical analysis of ferrotitanium
The persulfate-arsenite volumetric method for
the determination of manganese content

UDC 669.15/295
:543.24:546
.711
GB 4701.4-84

本标准适用于钛铁中锰量的测定。测定范围：1.00~4.00%。

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

试样用硫酸、盐酸溶解并冒硫酸烟，以硝酸银为催化剂，加过硫酸铵煮沸将锰氧化为高锰酸，用亚砷酸钠-亚硝酸钠标准溶液滴定。

2 试剂

2.1 硝酸（比重1.42）。

2.2 盐酸（1+1）。

2.3 硫酸（1+3）。

2.4 氯化钠溶液（0.5%）。

2.5 硝酸银溶液（0.5%）。

2.6 过硫酸铵溶液（25%）：用时配制，溶解时不能加热。

2.7 混合酸：650ml水中，缓慢加入100ml硫酸（比重1.84），冷却后加入250ml硝酸（2.1），混匀。

2.8 锰标准溶液

2.8.1 称取1.0000g金属锰（纯度为99.9%以上），置于250ml烧杯中，加入20ml硫酸（1+3），加热溶解，取下冷却后移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1.0mg锰。

2.8.2 移取10.00ml锰标准溶液（2.8.1），置于100ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含0.1mg锰。

2.9 亚砷酸钠-亚硝酸钠标准溶液

2.9.1 配制

称取0.5000g优级纯三氧化二砷，溶解于20ml10%氢氧化钠溶液中，用水稀释至500ml，以1%酚酞乙醇溶液为指示剂，用硫酸（1+1）中和至红色消失，再滴加10%碳酸钠溶液至红色出现，然后再加入0.3500g亚硝酸钠，并使之全部溶解（如浑浊应过滤）。移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀，贮存于棕色瓶中，此溶液约为0.02N。

2.9.2 标定

称取0.06g不含锰的纯铁三份，分别置于500ml锥形瓶中，各加入锰标准溶液（2.8.2）（所取锰量应与被滴定的试液中锰量相近），加入30ml混合酸（2.7），加热溶解，取下以水稀释至150ml，加入10ml硝酸银溶液（2.5），加热煮沸，取下，缓慢加入10ml过硫酸铵溶液（2.6），混匀，继续加热煮沸1min，取下以流水冷却至室温。加入10ml氯化钠溶液（2.4），立即以亚砷酸钠-亚硝酸钠标准