

中华人民共和国国家标准

高钛渣、金红石化学分析方法

重铬酸钾容量法测定全铁量

UDC 549.514.6
:543.24 :546
72
GB 4102.2—83

Methods for chemical analysis of
high-titanium slag and rutile

The potassium dichromate volumetric method for
the determination of total iron content

调整为: YS/T 514.2 - 2006

本标准适用于高钛渣、金红石中全铁量的测定。测定范围: 1.00~15.00%。

本标准不适用于含铜量大于1.5%的试样中铁量的测定。

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

试样经过氧化钠熔融，在盐酸介质中，以氯化亚锡分解钛与过氧化氢生成的络合物，同时将大部分铁(Ⅲ)还原为铁(Ⅱ)，再以钨酸钠为指示剂，用三氯化钛还原剩余的铁(Ⅲ)，进一步将钨酸根还原至生成钨蓝，然后滴加重铬酸钾溶液至蓝色消失。加入硫酸-磷酸混合酸，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准溶液滴定。借此测定铁量。

2 试剂

- 2.1 过氧化钠。
- 2.2 盐酸(1+1)。
- 2.3 盐酸(1+4)。
- 2.4 硫酸-磷酸混合酸：将150ml硫酸(比重1.84)徐徐注入700ml水中，冷至室温，加入150ml磷酸(比重1.70)，混匀。
- 2.5 氯化亚锡溶液：称取10g氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于10ml热盐酸(比重1.19)中，以水稀释至100ml。过滤。用时配制。
- 2.6 高锰酸钾溶液(2.5%)。
- 2.7 钨酸钠溶液：称取25g钨酸钠($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于适量水中，加10ml磷酸(比重1.70)，用水稀释至100ml。过滤。
- 2.8 三氯化钛溶液：取1份三氯化钛溶液(市售)和9份盐酸(5+95)混匀。加一层液体石蜡保护。
- 2.9 二苯胺磺酸钠溶液(0.2%)。
- 2.10 硫酸亚铁铵溶液(约0.03N)：称取11.8g硫酸亚铁铵[($\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]，溶于硫酸(5+95)中，移入1000ml容量瓶中，再以硫酸(5+95)稀释至刻度。混匀。
- 2.11 重铬酸钾标准溶液(0.01300N)：称取1.2747g预先在150℃烘2h的重铬酸钾基准试剂，溶于适量水中，移入2000ml容量瓶中，用水稀释至刻度。混匀。
- 2.12 重铬酸钾标准溶液(0.03000N)：称取2.9418g预先在150℃烘2h的重铬酸钾基准试剂，溶于适量水中，移入2000ml容量瓶中，用水稀释至刻度。混匀。