



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

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

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
硫酸钡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

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。

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

1 范围

本标准规定了硫酸铈容量法和重铬酸钾容量法测定硫铁矿和硫精矿中全铁含量。
本标准适用于硫铁矿和硫精矿产品中全铁含量大于10%的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛(GB/T 6003.1—1997,eqv ISO 3310-1:1990)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)

3 试样

试样通过150 μm 试验筛(GB/T 6003.1),于100℃~105℃干燥至恒重,置于干燥器中,冷却至室温。

4 一般规定

本标准所用水应符合GB/T 6682中三级水的规格;所列试剂除特殊规定外,均指分析纯试剂。

5 分析方法

5.1 硫酸铈容量法

5.1.1 方法提要

试样以氢氧化钠、过氧化钠熔融,在盐酸介质中,用次亚磷酸钠还原三价铁离子,以二苯胺磺酸钠作指示剂,硫酸铈标准滴定溶液滴定,即可求出全铁含量。

5.1.2 试剂和溶液

5.1.2.1 氢氧化钠。

5.1.2.2 过氧化钠。

5.1.2.3 盐酸溶液:1+1。

5.1.2.4 次亚磷酸钠溶液:100 g/L。

5.1.2.5 无水亚硫酸钠溶液:1 g/L。

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

5.1.2.7 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。

5.1.2.8 铁基准溶液:1.00 mg/L。称取1.429 7 g 三氧化二铁(高纯)于250 mL 烧杯中,加入50 mL 盐酸溶液,盖上表面皿,低温加热溶解完全,冷却,移入1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液含铁(Fe)量1.00 mg/mL。

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：

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

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：

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

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: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.040\ 00$ mol/L。称取 1.961 2 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 1 000 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 0.000 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。
- 5.2.3.2 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 $V_0=A-B$ 。

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)($M=55.85$)。

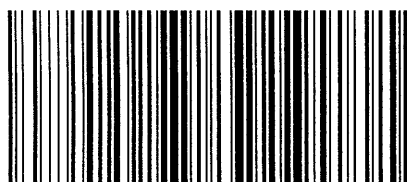
计算结果表示到小数点后两位,取平行测定结果的算术平均值为最终测定结果。

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

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-32513

定价: 10.00 元