

三氯化钛——重铬酸钾容量法快速测定铁矿石中全铁量

付 慧 莉

(莱芜钢铁集团股份有限公司品质保证部, 山东 莱芜 271104)

摘 要: 采用酸分解试样, 在酸性介质中, 以二氯化锡还原大部分三价铁, 三氯化钛还原剩余三价铁, 用重铬酸钾滴定测全铁量。本法加入浓硝酸溶解样品, 使溶解更完全, 提高了溶解温度, 加快了溶解速度, 分析精确度高, 结果满意。

关键词: 容量法; 铁矿石; 全铁量; 三氯化钛

中图分类号: 0655.2 文献标识码: B 文章编号: 1004-4620(2000)03-0059-02

Quick Determining Total Ferro in Iron Ore by Titanous Chloride Potassium Dichromate Capacity Method

FU Hui-li

(The Quality Guarantee Department of Laiwu Iron and Steel Group Co., Ltd, Laiwu 271104, China)

Abstract: Using of acid to solubilize samples, using of stannous chloride to reduce most of ferric iron in the acid medium, using of titanous chloride to reduce residual ferric iron, total ferro quantity can be determined by potassium dichromate titration. Because thick nitric acid is used in this method and it promotes quick solubilizing, the solubilizing speed and temperature are increased and speeded separately. This method has high analysis accuracy and its result can meet the requirements of production.

Keywords: capacity method; iron ore; total ferro; titanous chloride

1 前言

三氯化钛—重铬酸钾容量法是近年来测定铁矿石中全铁量普遍采用的快速分析方法。从方法原理上易于理解, 但具体操作条件不好掌握, 易造成系统偏差。本方法在吸取原有方法的基础上对原溶解样品的试剂、浓度、温度等做了一定改进。加入浓硝酸溶解样品, 并降低硫磷混酸的浓度, 提高溶解温度, 使溶解更完全, 溶解速度加快, 节省了时间、试剂, 提高了分析精度。

2 实验部分

2.1 试剂

硫磷混酸: 将150mL硫酸($\rho: 1.84\text{g/mL}$)在搅拌下缓慢注入500mL水中, 冷却后再加入150mL磷酸($\rho: 1.70\text{g/mL}$), 用水稀释至1000mL, 混匀。

盐酸(ρ :1.19g/mL)

硝酸(ρ :1.42g/mL)

二氯化锡溶液(6%):称取6g二氯化锡溶于20mL盐酸中,溶解后用稀释至100mL,混匀(用时现配)。

三氯化钛(1+19):取三氯化钛溶液(15%~20%)1份,加盐酸(1+9)19份混匀(用前现配)。

钨酸钠(25%):称取25g钨酸钠溶于适量水中(若混浊需过滤),加5mL磷酸(ρ :1.70g/mL),用水稀释至100mL,混匀。

二苯胺磺酸钠(0.2%)

重铬酸钾标准溶液(0.008333mol/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⁽¹⁾。

硫酸亚铁铵溶液

(约0.05mol/L):称取19.7g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⁾。

2.2 实验方法

2.2.1 试样的分解 称取试样0.2000g于500mL三角瓶中,加25mL磷硫混酸,轻轻摇动三角瓶,使试样分散。于电炉上加热溶解,加热过程中不断摇动,煮沸后加1mL浓硝酸,溶解至冒硫酸烟,取下自然冷却。

2.2.2 还原、滴定 用少量水冲洗瓶壁,加12mL盐酸。加热至沸,趁热滴加二氯化锡,还原至浅黄色,加水约100mL(此时,控制温度在50~60℃,温度高时,可流水冷却)。然后加钨酸钠指示剂10滴,用三氯化钛溶液还原至溶液呈蓝色,再滴加重铬酸钾溶液氧化过量的三氯化钛至钨蓝色刚好消失。冷却至室温,以水稀释至溶液体积150mL左右。加二苯胺磺酸钠指示剂4滴,用重铬酸钾标准溶液滴定至稳定的紫红色为终点。

3 结果与讨论

3.1 试样的要求

若试样烘干不充分,将使结果偏低。因此,要求试样在105℃左右条件下在干燥箱内烘干30min,放入干燥器中冷却至室温后测定。

3.2 空白的测定

由于水质、试剂纯度等的影响,存在的杂质可能会使结果偏高,故需测定空白。选择以下方法测定空白(V_0):空白试液滴定时,先加入6.00mL硫酸亚铁铵溶液,加入指示剂,再滴定。记下消耗的重铬酸钾标准溶液的毫升数(A),再向溶液中加入6.00mL硫酸亚铁铵,然后以重铬酸钾溶液滴定至呈稳定的紫红色,记下消耗的毫升数(B),则空白

$$V_0 = A - B \quad (1)$$

3.3 溶解用酸的选择

加入磷酸能与三价铁离子生成无色络离子,可防止三价铁离子对指示剂的氧化作用,并可消除三氯化铁的黄色影响使终点明显。但实验发现一些难溶的样品可能溶解不完全,考虑到浓硝酸氧化能力强且易挥发分解,故加入1mL浓硝酸助分解样品⁽²⁾。如试样含硅高时,可加入1~2滴氢氟酸溶解残渣。

3.4 硫磷混酸浓度的选择

酸的浓度太低时,溶解能力低,使溶样不完全;浓度太高,挥发太快,也溶样不完全。根据以往经验结合实验,确定硫磷混酸的浓度(见2.1)。

3.5 溶解温度的选择

温度太低,溶样时间长,易形成焦磷酸盐沉淀,使分析结果偏低;温度太高,冒白烟太快,易使试样溶解不完全,同样使测定结果不准确。试验证明在700℃左右,试样分解较好。

3.6 共存元素的干扰

含钒大于0.5%时,对铁干扰较大;含铜大于0.5%时,应进行沉淀分离⁽¹⁾。因所用的常规样品含此两种元素较少,故用本法不影响全铁量的测定。

3.7 结果的计算

以下式计算分析结果

$$\text{TFe}\% = (V - V_0) \times 0.002792 / m \times 100 \quad (2)$$

式中 V ——滴定试样用的重铬酸钾的体积, mL;

V_0 ——滴定空白用的重铬酸钾的体积, mL;

0.002792——1mL 0.008333mol/L 重铬酸钾相当于铁量, g;

m ——试样量, g。

4 精密度试验与标样分析对照

选取5个不同含量的标样由3个实验室分别做精密实验,结果见表。

精密度试验与标样分析对照

项目	1	2	3	4	5
1	39.51	50.33	61.78	65.83	67.23
	39.65	50.40	61.71	65.83	67.23
	39.58	50.40	61.64	65.76	67.32
2	39.52	50.47	61.71	65.79	67.25
	39.65	50.33	61.71	65.79	67.25

	39.44	50.25	61.85	65.68	67.28
3	39.60	50.31	61.86	65.77	67.08
	39.60	50.31	61.69	65.63	67.15
	39.47	50.43	61.96	65.55	67.12
平均值 \bar{x}	39.56	50.36	61.77	65.74	67.21
标准值	39.47	50.54	61.77	65.76	67.18
标准偏差s	0.08	0.07	0.10	0.10	0.08
绝对误差	0.09	0.18	0.00	0.02	0.03

从表中数据可以看出，本方法精密度高，重复性好，稳定性好。

本方法适用于铁矿石、铁精粉、烧结矿和球团矿中全铁量的测定。测定范围:30%以上。但含钒大于0.5%，含铜大于0.5%时，不宜采用本法。

经实验表明，本方法分析速度快，准确度高，重现性好，易于掌握，比原来的方法节省了时间、试剂，终点更易观察，可行性良好，能满足生产需要。

参考文献：

(1) 黑色冶金工业标准汇编。矿产品、原料及其试验方法 [M]。北京:中国标准出版社, 1995, 426~427

(2) 陈德昌。实验室实用化学试剂手册 [M]。北京:化学工业出版社, 1987, 195~277

[返回上页](#)