

中华人民共和国国家标准

硼镁矿石中全铁
含量的分析方法

Analytical method for total iron
contents in ascharite ores

UDC 549.732
.1:543.062
:546.72
GB 3447.4—82
(1989)*

本标准适用于硼镁矿石中全铁含量的分析。

1 方法提要

试样用盐酸分解，磷钨酸-甲基橙为指示剂，二氯化锡和三氯化钛联合还原三价铁，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准溶液滴定。

2 试剂和溶液

2.1 盐酸 (GB 622—77)。

2.2 盐酸：1 + 1 溶液。

2.3 盐酸：1 + 4 溶液。

2.4 硫酸 (GB—625—77)。

2.5 磷酸 (GB 1282—77)。

2.6 磷酸：5 + 95 溶液。

2.7 硫磷混合酸溶液：将150毫升硫酸 (2.4) 缓缓加入 700 毫升水中，冷却后加入 150 毫升磷酸 (2.5)，混匀。

2.8 氯化亚锡 (GB 638—78)：5% 溶液，称取 5 克氯化亚锡，溶于 20 毫升盐酸 (2.1)，用水稀释至 100 毫升，存放于棕色瓶中。

2.9 钨酸钠溶液：称取 25 克钨酸钠溶于 100 毫升磷酸溶液 (2.6)。

2.10 三氯化钛溶液 (HGB 3122—59)。

2.11 三氯化钛盐酸溶液：

1 毫升三氯化钛溶液 (2.10) 与 40 毫升盐酸溶液 (2.3) 混合，存放于棕色瓶中。

2.12 甲基橙 (HGB 3089—59)：0.1% 水溶液。

2.13 二苯胺磺酸钠：0.5% 溶液，称取 0.5 克二苯胺磺酸钠，溶于 100 毫升水中，加入 1~2 滴硫酸。

2.14 重铬酸钾 (GB 1259—77)：基准试剂。

2.15 重铬酸钾：0.02000N 标准溶液。

称取 0.9807 克于 120℃ 烘至恒重的基准重铬酸钾 (2.14)，置于 250 毫升烧杯中，加水溶解后，移入 1000 毫升容量瓶中，稀释至刻度，摇匀。

3 分析手续

称取 0.1~0.5 克分析试样 (称准至 0.0002 克)，置于 250 毫升烧杯中，用少量水润湿，加入 30 毫升盐酸溶液 (2.2)，盖上表面皿，在电热板上加热，煮沸 30 分钟，取下，趁热滴加氯化亚锡溶液 (2.8) 至溶液呈浅黄色，用水稀释至约 60 毫升，加入 10 滴钨酸钠溶液 (2.9)、2 滴甲基橙指示液 (2.12)、3 滴二苯胺磺酸钠溶液 (2.13)，滴加三氯化钛盐酸溶液 (2.11) 至溶液红色恰好消失，用水稀释至 100

毫升，加入15毫升硫磷混合酸溶液(2.7)，立即用重铬酸钾标准溶液(2.15)滴定至溶液呈稳定的蓝紫色即为终点。

注：① 用亚钛还原时，溶液温度低于20℃变色缓慢，可用热水稀释溶液。

② 三氯化钛溶液夏天易变质，变质后呈无色或混浊状。

4 结果的表示和计算

全铁(以 Fe_2O_3 计)百分含量(X)按下式计算：

$$X = \frac{N \cdot V \times 0.07985}{G} \times 100$$

式中：N——重铬酸钾标准溶液的当量浓度；

V——滴定时消耗重铬酸钾标准溶液的体积，毫升；

G——试样重量，克；

0.07985——每毫克当量三氧化二铁的克数。

5 允许误差

三氧化二铁含量 %	允许误差 %	
	同一实验室	不同实验室
<10	0.10	0.12
>10	0.12	0.15

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出，由化学工业部化工矿山设计研究院归口。

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院负责起草。

本标准主要起草人史淑明、陈庚琳。

自本标准实施之日起，原化学工业部部标准HG 1—352—66《硼镁矿石统一分析方法(试行)》作废。