



中华人民共和国国家标准

GB/T 38812.1—2020

直接还原铁 亚铁含量的测定 三氯化铁分解重铬酸钾滴定法

Direct reduced iron—Determination of iron(Ⅱ) content—The potassium dichromate titrimetric method after decomposition of sample by ferric chloride

2020-06-02 发布

2020-12-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 38812《直接还原铁》分为以下 3 个部分：

——亚铁含量的测定 三氯化铁分解重铬酸钾滴定法；

——金属铁含量的测定 三氯化铁分解重铬酸钾滴定法；

——硅、锰、磷、钒、钛、铜、铝、砷、镁、钙、钾、钠含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 38812 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国铁矿石与直接还原铁标准化技术委员会(SAC/TC 317)归口。

本部分起草单位：武钢集团昆明钢铁股份有限公司、广西柳州钢铁集团有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人：陈涛、张卫强、阮志勇、刘华、余轶峰、林辉、许涯平、赵绥、曾海梅、李文生、张坤、李宏萍、高丽萍、王磊、杨利波。

直接还原铁 亚铁含量的测定 三氯化铁分解重铬酸钾滴定法

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作实践经验。本部分未指出所有可能的安全问题，使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 38812 的本部分规定了三氯化铁分解重铬酸钾滴定法测定亚铁含量。

本部分适用于直接还原铁中亚铁含量的测定，测定范围(质量分数)：1.00%～40.00%。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

GB/T 24239 直接还原铁和热压铁块 取样和制样方法

3 原理

试料用三氯化铁溶液溶解，过滤分离后，将滤上物在隔绝空气的条件下用盐酸和氟化钾溶解，在硫酸介质中以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准溶液滴定至紫色为终点。根据所消耗的重铬酸钾标准溶液体积计算出亚铁的质量分数。

4 试剂及材料

在分析过程中仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级及以上纯度的水。

4.1 碳酸氢钠，固体。

4.2 盐酸， ρ 约 1.19 g/mL。

4.3 磷酸， ρ 约 1.70 g/mL。

4.4 硫酸， ρ 约 1.84 g/mL。

4.5 氟化钾溶液，250 g/L，储存于塑料瓶中。

4.6 硫磷混合酸，15+15+70。

4.7 三氯化铁溶液，100 g/L。

称取 100 g 三氯化铁溶于 1 L 水中，混匀，如溶液浑浊，应过滤后使用。

4.8 硫酸亚铁铵溶液，20 g/L。

称取 20 g 硫酸亚铁铵溶解于硫酸(5+95)中，用硫酸(5+95)稀释至 1 000 mL，混匀。

4.9 重铬酸钾标准滴定溶液, $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.035\ 00\ \text{mol/L}$ 。

称取重铬酸钾 1.716 0 g 预先在 140 °C~150 °C 干燥 2 h 并于干燥器中冷却至室温的重铬酸钾(基准试剂)于 250 mL 烧杯中,加水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,稀释至刻度,充分混匀。

4.10 二苯胺磺酸钠指示剂溶液, 4 g/L。

称取 0.4 g 二苯胺磺酸钠溶于 100 mL 碳酸钠溶液(2 g/L)中。

5 仪器

5.1 分析中使用通常的实验室仪器。滴定管、单标线容量瓶和单标线吸量管,应符合 GB/T 12805、GB/T 12806 和 GB/T 12808 的规定。

5.2 振荡器:往复式多功能振荡器。振荡频率:150 次/min~160 次/min,振幅:20 mm(往复)。

6 取样和制样

按 GB/T 24239 的规定进行取样和制样。

7 分析步骤

7.1 测定次数

对同一试样至少独立测定两次。

注:“独立”是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中,此条件意味着在同一实验室,由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法,在短时间内对同一被测对象独立进行重复测定,包括采用适当的再校准。

7.2 试料量

称取 0.20 g 试料,精确至 0.000 1 g。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 试料分解

将试料(见 7.2)置于干燥的 300 mL 锥形瓶中,加入 40 mL 三氯化铁溶液(见 4.7)塞上瓶塞,将其置于振荡器上振荡 40 min。用中速滤纸过滤,用水洗涤锥形瓶及残渣 8 次~10 次,将残渣及滤纸收集在原 300 mL 锥形瓶中,加入 1 g~2 g 碳酸氢钠(见 4.1),加入 10 mL 氟化钾溶液(见 4.5)、30 mL 盐酸(见 4.2),迅速盖上有饱和碳酸氢钠溶液保护的盖式漏斗,加热溶解完全,取下,流水冷却至室温。

7.4.2 滴定

7.4.2.1 试料溶液滴定

取下盖氏漏斗,立即加水 50 mL,在溶液中加入 20 mL 硫磷混合酸(见 4.6),摇匀,加入 3 滴~5 滴二苯胺磺酸钠指示剂溶液(见 4.10),用重铬酸钾标准溶液(见 4.9)滴定至溶液呈稳定的紫色为终点。记下滴定体积(V_1)。

7.4.2.2 空白溶液滴定

于空白溶液(见 7.3)中加入 10.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(见 4.8),加 20 mL 硫磷混合酸(见 4.6),加入 3 滴~5 滴二苯胺磺酸钠指示剂溶液(见 4.10),用重铬酸钾标准溶液(见 4.9)滴定至溶液呈稳定的紫色为终点,记下滴定体积(V_2)。再向溶液中加入 10.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(见 4.8),再用重铬酸钾标准溶液(见 4.9)滴定至溶液呈稳定的紫色为终点,记下滴定体积(V_3)。

8 分析结果计算及其表示

8.1 分析结果的计算

按式(1)计算亚铁的质量分数 $w_{Fe(II)}$,其数值以百分数(%)表示:

$$w_{Fe(II)} = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times M}{m \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c ——重铬酸钾标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_1 ——试样消耗的重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 ——空白试液消耗的重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- M ——铁的摩尔质量,55.85 g/mol,单位为克每摩尔(g/mol);
- m ——试料量,单位为克(g)。

按式(2)计算氧化亚铁的质量分数 w_{FeO} ,其数值以百分数(%)表示:

$$w_{FeO} = w_{Fe(II)} \times 1.286 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

1.286—— $w_{Fe(II)}$ 换算为 w_{FeO} 的换算系数。

8.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立测定结果差值的绝对值如不大于表 1 规定的允许差,则取其算术平均值作为分析结果。如果两次独立测定结果差值的绝对值大于表 1 规定的允许差,则按附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。分析结果按 GB/T 8170 修约,将数值修约到两位小数。

表 1 允许差 %(质量分数)

氧化亚铁含量	允许差
1.00~5.00	0.20
>5.00~10.00	0.30
>10.00~20.00	0.40
>20.00~30.00	0.50
>30.00~40.00	0.60

9 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 鉴别试样、实验室和分析日期的资料;

- b) 使用本部分方法(本部分编号);
- c) 遵守本部分规定的程度;
- d) 分析结果及其表示;
- e) 测定中观察到的异常现象;
- f) 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作或者任选的操作。



附录 A
(规范性附录)
试样分析结果接受程序流程图

试样分析结果接受程序流程图见图 A.1。

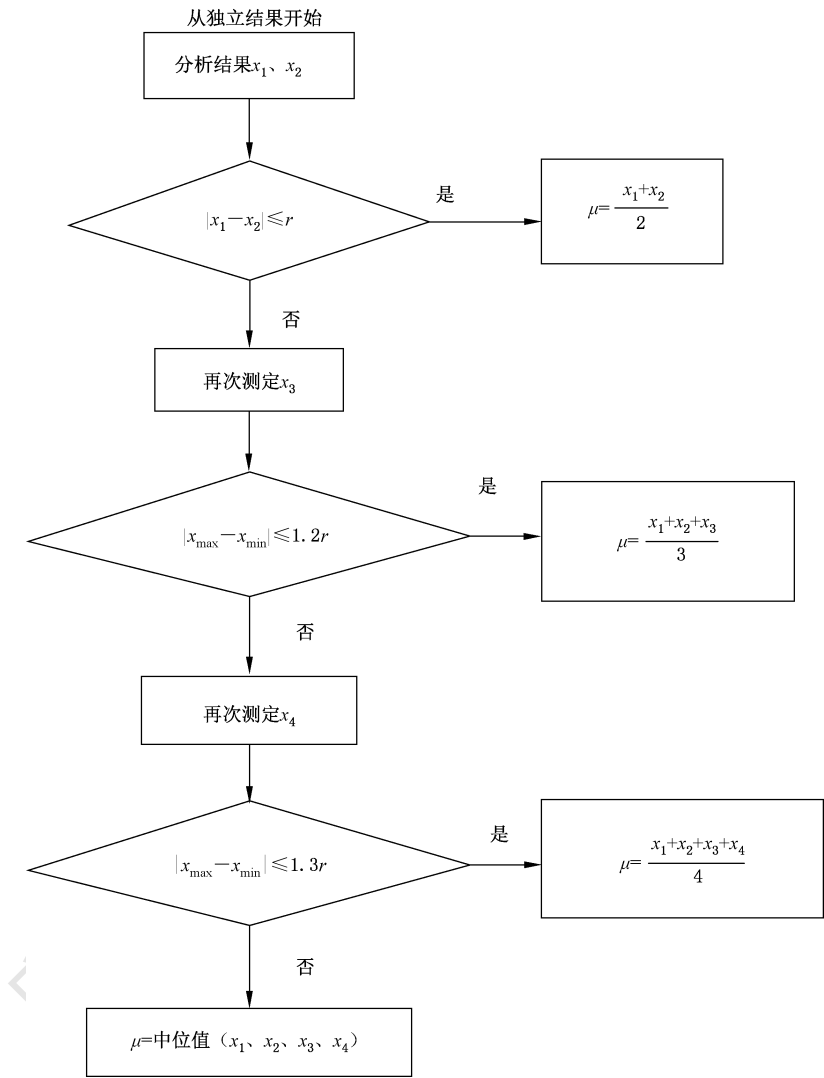


图 A.1 试样分析结果接受程序流程图