

工 业 氧 化 铁

1 主题内容与适用范围

本标准规定了工业氧化铁的技术要求、试验方法、检验规则以及标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于亚铁盐经热分解法或其他方法而制得的氧化铁。该产品主要用作软磁铁氧体、硬磁铁氧体、抛光膏及其他工业的原料。

分子式： Fe_2O_3

相对分子质量：159.69(按1989年国际相对原子质量)

2 引用标准

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 1250 极限数值的表示方法和判定方法

GB/T 5211.15 颜料吸油量的测定

GB/T 5211.18 颜料筛余物的测定 水法 手工操作

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 8946 塑料编织袋

3 产品分类

工业氧化铁分为两种型号：

I 型主要用于软、硬磁铁氧体；

II 型用于抛光膏及其他工业。

4 技术要求

4.1 外观：棕红色或褐红色粉末。

4.2 工业氧化铁应符合下表要求：

%(m/m)

项 目		指 标			
		I 型			II 型
		优等品	一等品	合格品	
主含量(以 Fe_2O_3 计)	\geq	99.2	98.8	98.0	96.0
氧化亚铁(FeO)含量	\leq	0.20	0.30	0.40	—
干燥失重	\leq	0.20	0.30	0.80	1.0
二氧化硅(SiO_2)含量	\leq	0.010	0.020	0.040	—
铝(Al)含量	\leq	0.020	0.030	0.050	—
锰(Mn)含量	\leq	0.20	0.30	0.40	—
钙(Ca)含量	\leq	0.010	0.020	0.040	—
镁(Mg)含量	\leq	0.010	0.020	0.040	—
钾(K)含量	\leq	0.010	0.010	—	—
钠(Na)含量	\leq	0.020	0.040	—	—
硫酸盐(以 SO_4 计)含量	\leq	0.10	0.15	0.20	—
氯化物(以 Cl 计)含量	\leq	0.10	0.15	0.20	—
粒度	$\leq 1\mu\text{m}$	\leq	40	40	40
	$\geq 4\mu\text{m}$	\leq	10	10	10
	45 μm 试验筛筛余物	\leq	—	—	0.3
灼烧失量	\leq	—	—	—	5.0
吸油量, g/100g	\leq	—	—	—	25

5 试验方法

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

试验中所需标准滴定溶液、杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 之规定制备。

5.1 主含量的测定

5.1.1 重铬酸钾法

5.1.1.1 方法提要

用盐酸溶液溶样,加氯化亚锡将三价铁还原为二价铁,再加入氯化汞溶液除去过量氯化亚锡,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液进行滴定。

5.1.1.2 试剂和材料

5.1.1.2.1 盐酸(GB/T 622)溶液:1+1;

5.1.1.2.2 氯化亚锡(GB/T 638)溶液:100g/L;

称取 10g 氯化亚锡溶于 10mL 盐酸(GB/T 622)中,加水稀释至 100mL;

5.1.1.2.3 氯化汞(HG/T 3—1068)饱和溶液:60~100g/L;

5.1.1.2.4 硫-磷混合酸:在冷却下向 140mL 水中加入 30mL 硫酸(GB/T 625),再加入 30mL 磷酸

(GB/T 1282);

5.1.1.2.5 重铬酸钾(GB/T 642)标准滴定溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)$ 约 0.1mol/L;

5.1.1.2.6 二苯胺磺酸钠指示液:5g/L。

5.1.1.3 分析步骤

称取约 0.3g 试样(精确至 0.000 2g),置于 250mL 锥形瓶中,加 30mL 盐酸溶液,加热使试样完全溶解,继续加热至微沸,边搅拌边徐徐滴加氯化亚锡溶液至溶液颜色刚变为无色,再过量 1~2 滴,将锥形瓶在流水中冷却至室温,迅速加入 10mL 氯化汞溶液,振荡至白色丝状沉淀出现,静置约 1min。加入 30mL 硫-磷混合酸,50mL 水和 3 滴二苯胺磺酸钠指示液,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定,溶液从绿色经蓝绿色变为紫色即为终点。

含汞废液不得直接排入下水道,应妥善进行处理,处理方法参见附录 A。

5.1.1.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的主含量(以 Fe_2O_3 计) x_1 按式(1)计算:

$$x_1 = \frac{c \cdot V \times 0.07985}{m} \times 100$$

$$= \frac{7.985cV}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——重铬酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

0.07985——与 1.00mL 重铬酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6K_2Cr_2O_7)=1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的氧化铁的质量。

5.1.1.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

5.1.2 三氯化钛法

5.1.2.1 方法提要

用盐酸溶样,加氯化亚锡和三氯化钛将三价铁还原为二价铁,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至紫红色终点。

5.1.2.2 试剂和材料

5.1.2.2.1 盐酸(GB/T 622)溶液:1+1;

5.1.2.2.2 氯化亚锡(GB/T 638)溶液:100g/L;

称取 10g 氯化亚锡溶于 10mL 盐酸(GB/T 622)中,加水稀释至 100mL;

5.1.2.2.3 高锰酸钾(GB/T 643)溶液:50g/L;

5.1.2.2.4 三氯化钛溶液:量取 10mL 15% 的三氯化钛溶液,用盐酸溶液(5.1.2.2.1)稀释至 100mL;

5.1.2.2.5 硫-磷混合酸:在冷却下向 140mL 水中加入 30mL 硫酸(GB/T 625),再加入 30mL 磷酸(GB/T 1282);

5.1.2.2.6 重铬酸钾(GB/T 642)溶液:5g/L;

5.1.2.2.7 重铬酸钾(GB/T 642)标准滴定溶液: $c(1/6K_2Cr_2O_7)$ 约 0.1mol/L;

5.1.2.2.8 靛红指示液:5g/L;

5.1.2.2.9 二苯胺磺酸钠指示液:5g/L。

5.1.2.3 分析步骤

称取约 0.3g 试样(精确至 0.000 2g),置于 500mL 锥形瓶中,加 30mL 盐酸溶液,加热使试样完全溶解,继续加热至近沸,边搅拌边徐徐滴加氯化亚锡溶液至溶液颜色刚变为无色,再过量数滴,将锥形瓶在流水中冷却至室温。摇动下滴加高锰酸钾至溶液呈棕色,加水至约 100mL,加热使溶液呈透明状,取下,边摇边滴加氯化亚锡至浅黄色。加入 4~5 滴靛红指示液,滴加三氯化钛至溶液兰色刚好消失,再滴

加重铬酸钾溶液(5.1.2.2.6)至亮兰色,用水稀释至约300mL,冷却。加入30mL 硫-磷混合酸,和3滴二苯胺磺酸钠指示液,用重铬酸钾标准滴定溶液(5.1.2.2.7)滴定至溶液出现紫色即为终点。

5.1.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的主含量(以 Fe_2O_3 计) x_2 按式(2)计算:

$$x_2 = \frac{c \cdot V \times 0.07985}{m} \times 100$$

$$= \frac{7.985cV}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中: c ——重铬酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

0.07985——与1.00mL 重铬酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的氧化铁的质量。

5.1.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于0.2%。

5.2 氧化亚铁含量的测定

5.2.1 方法提要

在惰性气体保护下,用盐酸溶液溶样,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准滴定溶液进行滴定。

5.2.2 试剂和材料

5.2.2.1 盐酸(GB/T 622)溶液:1+1;

5.2.2.2 硫-磷混合酸:见5.1.1.2.4条;

5.2.2.3 重铬酸钾(GB/T 642)标准滴定溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ 约0.01mol/L;

移取10mL 重铬酸钾标准滴定溶液(5.1.1.2.5),置于100mL容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

5.2.2.4 二苯胺磺酸钠指示液:见5.1.1.2.6条。

5.2.2.5 氮气

5.2.3 分析步骤

称取约1.0g试样(精确至0.0002g),置于250mL锥形瓶中,通入氮气约10min,以赶尽瓶内空气,缓缓加入30mL盐酸溶液,继续通入氮气,加热使试样完全溶解,迅速冷却至室温。停止通氮气,加入30mL 硫-磷混合酸,50mL水和3滴二苯胺磺酸钠指示液,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈紫色为终点。

同时作空白试验。

5.2.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的氧化亚铁(FeO)含量 x_3 按式(3)计算:

$$x_3 = \frac{c \cdot (V - V_0) \times 0.07185}{m} \times 100$$

$$= \frac{7.185c(V - V_0)}{m} \dots\dots\dots (3)$$

式中: c ——重铬酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——滴定消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白试验消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试料的质量, g;

0.07185——与1.00mL 重铬酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 1.000\text{mol/L}$] 相当的以克表示的氧化亚铁的质量。

5.2.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.05%。

5.3 干燥失量的测定

5.3.1 仪器、设备

称量瓶: $\Phi 50\text{mm} \times 30\text{mm}$ 。

5.3.2 分析步骤

称取约 3g 试样(精确至 0.000 2g),置于已在 105~110℃下干燥至恒重的称量瓶中。移入电热恒温干燥箱内,打开瓶盖,在 105~110℃下干燥 2h,于干燥器中冷却后,称量(精确至 0.000 2g)。

5.3.3 分析结果的表述

以质量百分数表示的干燥失量 x_4 按式(4)计算:

$$x_4 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \text{..... (4)}$$

式中: m_1 ——干燥前称量瓶和试样的质量, g;

m_2 ——干燥后称量瓶和试样的质量, g;

m ——试料的质量, g。

5.3.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值 I 型不大于 0.05%; II 型不大于 0.10%。

5.4 二氧化硅含量的测定

5.4.1 方法提要

用盐酸和硝酸溶样,加高氯酸脱水,过滤。加氢氟酸使二氧化硅挥发,根据失量求出二氧化硅含量。

5.4.2 试剂和材料

5.4.2.1 盐酸(GB/T 622);

5.4.2.2 盐酸(GB/T 622)溶液:1+1;

5.4.2.3 盐酸(GB/T 622)溶液:1+10;

5.4.2.4 高氯酸(GB/T 623);

5.4.2.5 硫酸(GB/T 625)溶液:1+1;

5.4.2.6 硝酸(GB/T 626);

5.4.2.7 氢氟酸(GB/T 620);

5.4.2.8 硝酸银(GB/T 670)溶液:17g/L。

5.4.3 仪器、设备

铂坩埚:容量为 30mL。

5.4.4 分析步骤

称取 10.0g 试样(精确至 0.1g),置于 300mL 烧杯中。加 30mL 水,30mL 盐酸(5.4.2.1),盖上表面皿,在电热板上加热溶解,继续加热浓缩至溶液体积约为 30mL。加 5mL 硝酸和 60mL 高氯酸溶液,强热至高氯酸盐析出。取下烧杯,冷却,加入 20mL 盐酸溶液(5.4.2.2),加温水至总体积约 200mL,用慢速定量滤纸过滤,将附着在烧杯内壁的残渣用带橡胶头的玻璃棒刮到滤纸上,以温热的盐酸溶液(5.4.2.3)洗至滤纸无色,再用温水洗 7~10 次。将沉淀和滤纸一起移入铂坩埚中,干燥灰化后,在 1100℃以上灼烧至恒重。残渣用 2~3 滴硫酸溶液润湿,加约 2mL 氢氟酸,在电热板上加热至硫酸白烟冒完为止,再在 1100℃以上灼烧至恒重。同时做空白试验。

5.4.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的二氧化硅(SiO_2)含量 x_5 按式(5)计算:

$$x_5 = \frac{m_1 - m_2 - m_3}{m} \times 100 \quad \text{..... (5)}$$

式中: m_1 ——铂坩埚和残渣质量, g;

m_2 ——氢氟酸处理后的铂坩埚和残渣质量, g;

m_3 ——空白试验二氧化硅质量, g;

m ——试料的质量, g。

5.4.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.003%。

5.5 铝含量的测定

5.5.1 方法提要

用盐酸和硝酸溶样,用甲基异丁基甲酮萃取分离出铁,中和。用铝试剂分光光度法进行测定。

5.5.2 试剂和材料

5.5.2.1 盐酸(GB/T 622);

5.5.2.2 盐酸(GB/T 622)溶液:5+3;

5.5.2.3 盐酸(GB/T 622)溶液:10+13;

5.5.2.4 硝酸(GB/T 626);

5.5.2.5 硫酸(GB/T 625)溶液:1+1;

5.5.2.6 氨水(GB/T 631)溶液:1+1;

5.5.2.7 甲基异丁基甲酮(HG/T 3—1118);

5.5.2.8 乙酸-乙酸铵缓冲溶液(pH4~5);

5.5.2.9 巯基乙酸溶液:1+10;

5.5.2.10 玫红三羧酸铵溶液:0.5g/L;

5.5.2.11 铝标准溶液:1mL 溶液含有 0.01mg Al,临用前配制。

移取 10mL 按 GB/T 602 制备的铝标准溶液,置于 100mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

5.5.2.12 对硝基酚指示液:1g/L。

5.5.3 仪器、设备

分光光度计:带有厚度为 1cm 吸收池。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 工作曲线的绘制

用移液管分别移取 0.00、2.00、5.00、10.00、15.00、20.00 和 30.00mL 铝标准溶液,置于一组 250mL 烧杯中,加水至约 50mL。加 2 滴对硝基酚指示液,充分摇动下滴加氨水至溶液显黄色,立即加入 1mL 盐酸溶液(5.5.2.3),摇匀,移入 100mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。

从中吸取 25mL、置于 50mL 容量瓶中,加 5mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液和 1.5mL 巯基乙酸溶液,充分摇匀。再加入 3mL 玫红三羧酸铵溶液,加水至刻度,摇匀,放置 15min。移入 1cm 吸收池中,以试剂空白溶液为参比,在波长 530nm 处测量其吸光度。

以铝含量为横坐标,对应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

5.5.4.2 测定

称取 1.00g 试样(合格品为 0.40g),精确至 0.01g,置于 100mL 烧杯中,加 15mL 盐酸(5.5.2.1)和 5mL 硝酸,盖上表面皿,在电热板上加热溶解。继续加热浓缩至溶液体积约 5mL。冷却,移入 200mL 分液漏斗(以下称分液漏斗 A)中,将烧杯内壁附着的试液用 30mL 盐酸溶液(5.5.2.2)洗入分液漏斗 A 中,加 30mL 甲基异丁基甲酮,激烈摇动约 1min,静置,将水层放入另一分液漏斗(以下称分液漏斗 B)中。在分液漏斗 A 中加入 2~3mL 盐酸溶液(5.5.2.2),激烈摇动约 30s,静置,将水层放入分液漏斗 B 中。在分液漏斗 B 中加入 20mL 甲基异丁基甲酮,激烈摇动约 1min,静置,将水层放入 200mL 烧杯中。向甲基异丁基甲酮层加入 2~3mL 盐酸溶液(5.5.2.2),激烈摇动约 30s,静置,水层放入烧杯中,在烧杯中加入 4mL 硫酸溶液,加热除去残留的甲基异丁基甲酮,继续加热产生白烟约 10min。冷却后,加 20mL

水溶解。以下操作按 5.5.4.1 条所述,从“加 2 滴对硝基酚指示液……”开始,到“测量其吸光度”为止。

5.5.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的铝(Al)含量 x_6 按式(6)计算:

$$x_6 = \frac{m_1}{m \times \frac{25}{100} \times 1\,000} \times 100$$

$$= \frac{0.40m_1}{m} \dots\dots\dots (6)$$

式中: m_1 ——根据试样溶液的吸光度从工作曲线上查出的铝的质量,mg;

m ——试料的质量,g。

5.5.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.002%。

5.6 锰含量的测定

5.6.1 方法提要

用盐酸溶样,用原子吸收分光光度法之标准加入法测量吸光度,绘制曲线,求得锰含量。

5.6.2 试剂和材料

5.6.2.1 盐酸(GB/T 622)溶液:2+1;

5.6.2.2 锰标准溶液:1mL 溶液含有 0.1mg Mn。

5.6.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:带有锰空心阴极灯。

5.6.4 分析步骤

5.6.4.1 试验溶液的制备

称取 10.0g 试样(精确至 0.1g),置于 500mL 烧杯中,加入 200mL 盐酸溶液,盖上表面皿,慢慢加热溶解。冷却,用少量水冲洗表面皿和烧杯内壁,移入 1 000mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,此为试验溶液 A。用于锰、镁、钾和钠含量的测定。

5.6.4.2 测定

用移液管移取 5mL 试验溶液 A 四份,分别置于 100mL 容量瓶中,一份不加锰标准溶液,其余三份分别加入成比例的锰标准溶液,用水稀释至刻度。用试剂空白调整仪器吸光度为零,将上述溶液在空气-乙炔火焰中喷雾,在波长 279.5nm 处测量吸光度,以加入锰标准溶液后试验溶液中已知量的锰浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点到原点的距离即为移取试验溶液中锰的浓度。

5.6.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的锰(Mn)含量 x_7 按式(7)计算:

$$x_7 = \frac{c \times 100}{m \times 10^6 \times \frac{5}{1\,000}} \times 100$$

$$= \frac{2c}{m} \dots\dots\dots (7)$$

式中: c ——从曲线上求出的试验溶液中锰的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

m ——试料的质量,g。

5.6.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

5.7 钙含量的测定

5.7.1 方法提要

用盐酸溶样,加氯化锶溶液,用原子吸收分光光度法之标准加入法测量吸光度,绘制曲线,求得钙含

量。

5.7.2 试剂和材料

5.7.2.1 盐酸(GB/T 622)溶液:2+1;

5.7.2.2 氯化锶(HG/T 3—1073)溶液:30g/L;

5.7.2.3 钙标准溶液:1mL 溶液含有 0.1mg Ca。

5.7.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:带有钙空心阴极灯。

5.7.4 分析步骤

称取 5.00g 试样(精确至 0.01g),置于 250mL 烧杯中,加入 100mL 盐酸溶液,盖上表面皿,慢慢加热溶解,冷却后移入 250mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。在 4 个 100mL 容量瓶中各移入 50mL 上述试验溶液,再用移液管各加入 5mL 氯化锶溶液,一份不加钙标准溶液,其余三份分别加入成比例的钙标准溶液,用水稀释至刻度。用试剂空白调整仪器吸光度为零,将上述溶液在空气-乙炔火焰中喷雾,在波长 422.7nm 处测量吸光度,以加入钙标准溶液后试验溶液中已知量的钙浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点到原点的距离即为移取试验溶液中钙的浓度。

5.7.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的钙(Ca)含量 x_8 按式(8)计算:

$$x_8 = \frac{c \times 100}{m \times 10^6 \times \frac{50}{250}} \times 100$$

$$= \frac{0.5c}{m} \dots\dots\dots (8)$$

式中: c ——从曲线上求出的试验溶液中钙的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

m ——试料的质量, g。

5.7.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.005%。

5.8 镁含量的测定

5.8.1 方法提要

用盐酸溶样,用原子吸收分光光度法之标准加入法测量吸光度,绘制曲线,求得镁含量。

5.8.2 试剂和材料

镁标准溶液:1mL 溶液含有 0.1mg Mg。

5.8.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:带有镁空心阴极灯。

5.8.4 分析步骤

用移液管移取 20mL(优等品)、10mL(一等品)、或 5mL(合格品)试验溶液 A(5.6.4.1)四份,分别置于 100mL 容量瓶中,一份不加镁标准溶液,其余三份分别加入成比例的镁标准溶液,用水稀释至刻度。用试剂空白调整仪器吸光度为零,将上述溶液在空气-乙炔火焰中喷雾,在波长 285.2nm 处测量吸光度,以加入镁标准溶液后试验溶液中已知量的镁浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点到原点的距离即为试验溶液中镁的浓度。

5.8.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的镁(Mg)含量 x_9 按式(9)计算:

$$x_9 = \frac{c \times 100}{m \times 10^6 \times \frac{V}{1\,000}} \times 100$$

$$= \frac{10c}{mV} \dots\dots\dots (9)$$

式中: c ——从曲线上求出的试验溶液中镁的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V ——移取试验溶液 A 的体积, mL ;

m ——5.6.4.1 条中称取的试料的质量, g 。

5.8.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.002%。

5.9 钾含量的测定

5.9.1 方法提要

用盐酸溶样,用原子吸收分光光度法之标准加入法测量吸光度,绘制曲线,求得钾含量。

5.9.2 试剂和材料

钾标准溶液:1mL 溶液含有 0.1mg K。

5.9.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:带有钾空心阴极灯。

5.9.4 分析步骤

用移液管移取 50mL 试验溶液 A(5.6.4.1)四份,分别置于 100mL 容量瓶中,一份不加钾标准溶液,其余三份分别加入成比例的钾标准溶液,用水稀释至刻度。用试剂空白调整仪器吸光度为零,将上述溶液在空气-乙炔火焰中喷雾,在波长 766.5nm 处测量吸光度,以加入钾标准溶液后试验溶液中已知量的钾浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点到原点的距离即为试验溶液中钾的浓度。

5.9.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的钾(K)含量 x_{10} 按式(10)计算:

$$x_{10} = \frac{c \times 100}{m \times 10^6 \times \frac{50}{1000}} \times 100$$

$$= \frac{0.2c}{m} \dots\dots\dots (10)$$

式中: c ——从曲线上求出的试验溶液中钾的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

m ——5.6.4.1 条中称取的试料的质量, g 。

5.9.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.002%。

5.10 钠含量的测定

5.10.1 方法提要

用盐酸溶样,用原子吸收分光光度法之标准加入法测量吸光度,绘制曲线,求得钠含量。

5.10.2 试剂和材料

钠标准溶液:1mL 溶液含有 0.1mg Na。

5.10.3 仪器、设备

原子吸收分光光度计:带有钠空心阴极灯。

5.10.4 分析步骤

用移液管移取 20mL 试验溶液 A(5.6.4.1)四份,分别置于 100mL 容量瓶中,一份不加钠标准溶液,其余三份分别加入成比例的钠标准溶液,用水稀释至刻度。用试剂空白调整仪器吸光度为零,将上述溶液在空气-乙炔火焰中喷雾,在波长 588.9nm 处测量吸光度,以加入钠标准溶液后试验溶液中已知量的钠浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,对应的吸光度为纵坐标绘制曲线,将曲线反向延长与横坐标相交,交点到原点的距离即为试验溶液中钠的浓度。

5.10.5 分析结果的表述

以质量百分数表示的钠(Na)含量 x_{11} 按式(11)计算:

$$x_{11} = \frac{c \times 100}{m \times 10^6 \times \frac{20}{1000}} \times 100$$

$$= \frac{0.5c}{m} \dots\dots\dots (11)$$

式中: c ——从曲线上求出的试验溶液中钠的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

m ——5.6.4.1条中称取的试料的质量, g 。

5.10.6 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.005%。

5.11 碳酸盐含量的测定

5.11.1 方法提要

用盐酸溶样,加锌将 Fe(III) 还原为 Fe(II) 后,加氯化钡沉淀硫酸根,称量硫酸钡求出硫酸根含量。

5.11.2 试剂和材料

5.11.2.1 锌:粒状;

5.11.2.2 盐酸(GB/T 622);

5.11.2.3 盐酸(GB/T 622)溶液:1+10;

5.11.2.4 氯化钡(GB/T 652):溶液:100g/L;

5.11.2.5 硝酸银(GB/T 670)溶液:17g/L。

5.11.3 分析步骤

称取约 2g 试样(精确至 0.01g),置于 300mL 烧杯中,加 30mL 盐酸(5.11.2.2)加热溶解,加水至溶液总体积约 100mL,加 5g 锌粒,在沸水浴上加热,将 Fe(III) 还原为 Fe(II) 。溶液的红色消失时,立即过滤,用温热的盐酸溶液(5.11.2.3)洗至滤纸无色,再用温水洗 4~5 次。将滤液和洗涤液合并,加水至约 300mL,加热至 60~70℃,逐滴加入 10mL 热氯化钡溶液,在沸水浴上加热 30min,静置一夜后,用慢速定量滤纸过滤,用水洗至洗涤液中无氯离子反应(用硝酸银溶液检验)。将滤纸和沉淀一起移入已在约 700℃ 下灼烧至恒重的瓷坩埚内,干燥灰化后,移入马弗炉中,在约 700℃ 下灼烧至恒重。

5.11.4 分析结果的表述

以质量百分数表示的硫酸盐(以 SO_4 计)含量 x_{12} 按式(12)计算:

$$x_{12} = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.4116}{m} \times 100$$

$$= \frac{41.16(m_1 - m_2)}{m} \dots\dots\dots (12)$$

式中: m_1 ——灼烧后坩埚和残渣的质量, g ;

m_2 ——坩埚的质量, g ;

m ——试料的质量, g ;

0.4116——硫酸钡换算为硫酸根的系数。

5.11.5 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果。平行测定结果的绝对差值不大于 0.02%。

5.12 氯化物含量的测定

5.12.1 方法提要

试样中加磷酸,加热溶解,氯离子以氯化氢蒸馏出,在硝酸介质中,氯离子与硝酸银生成氯化银,以目视比浊法进行测定。

5.12.2 试剂和材料

5.12.2.1 磷酸(GB/T 1282);

5.12.2.2 硝酸(GB/T 626)溶液:1+1;

5.12.2.3 硝酸银(GB/T 670)溶液:17g/L。

5.12.2.4 氯化物标准溶液:1mL 溶液含有 0.01mg Cl,临用前配制。

用移液管移取 10mL 按 GB/T 602 制备的氯化物标准溶液,置于 100mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

5.12.3 仪器、设备

5.12.3.1 比色管:25mL;

5.12.3.2 蒸馏装置:蒸馏装置如图 1 所示。

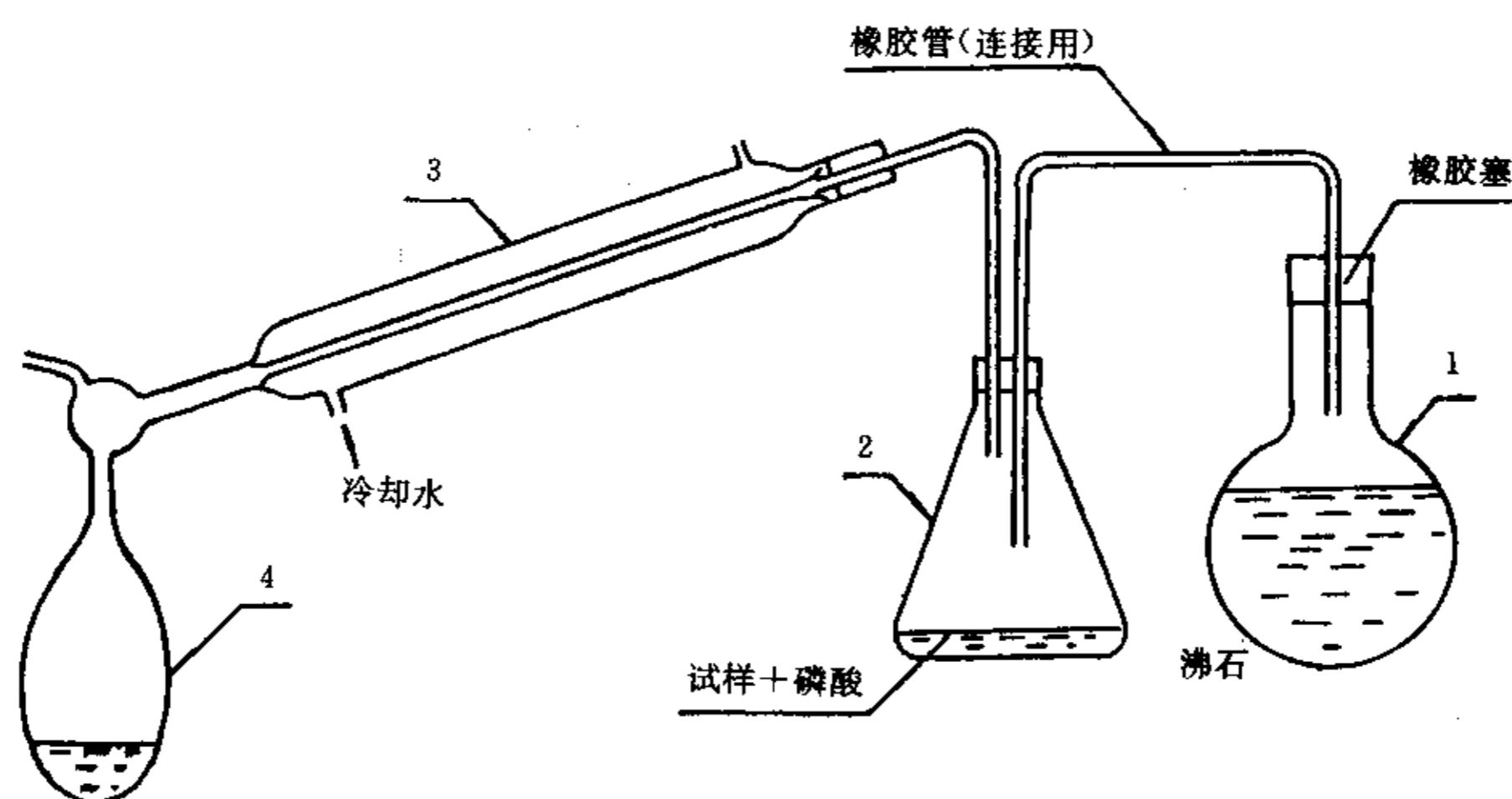


图 1 蒸馏装置

1—1 000mL 圆底烧瓶;2—300mL 锥形瓶;3—带冷却水的冷凝器;4—300mL 收集瓶

5.12.4 分析步骤

按图连接蒸馏装置的 2、3、4 部分。称取 0.300g 试样(精确至 0.001g),置于锥形瓶 2 中,加 20mL 磷酸,加热,试样开始溶解时,连接锥形瓶 2 和盛有预先烧至沸腾的水的圆底烧瓶 1,通入水蒸汽。在冒出白色烟雾之前停止加热,继续通入水蒸汽至氯化氢完全进入收集瓶 4 中。将馏出液移入 100mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。

用移液管移取 10mL 试验溶液,置于比色管中,加 1mL 硝酸溶液,1mL 硝酸银溶液,用水稀释至刻度,摇匀,放置 2min。所呈浊度不得深于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备:按下述规定取一定体积的氯化物标准溶液,从“加 1mL 硝酸溶液……”开始与试样同时同样处理。

优等品:3.0mL;

一等品:4.5mL;

合格品:6.0mL。

5.13 粒度的测定

5.13.1 方法 1 沉降法

本方法适用于 I 型产品。

5.13.1.1 方法提要

将试样分散在焦磷酸钠溶液中,用沉降法测定粒度。

5.13.1.2 试剂和材料

焦磷酸钠(HG/T 3—1288)溶液:2g/L。

5.13.1.3 仪器

自动粒度测定器。

5.13.1.4 分析步骤

称取 8.0g 试样(精确至 0.1g),置于烧杯中,加入 400mL 焦磷酸钠溶液,按仪器说明书进行操作,用自动粒度测定器测定产品粒度。

5.13.2 方法 2 筛分法

本方法适用于 II 型产品。

按 GB/T 5211.18 中的规定进行测定。称取试样 10g,分散剂为焦磷酸钠,其加量为试样量的 4%。筛余物的处理按 4.3a 条规定进行。

5.14 灼烧失量的测定

5.14.1 分析步骤

称取约 2g 试样(精确至 0.01g),置于已在 750~800℃灼烧至恒重的瓷坩埚内,移入马弗炉中,在 750~800℃下灼烧至恒重。

5.14.2 分析结果的表述

以质量百分数表示的灼烧失量 x_{13} 按式(13)计算:

$$x_{13} = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (13)$$

式中: m_1 ——灼烧后坩埚和残渣的质量,g;

m_2 ——坩埚的质量,g;

m ——试料的质量,g。

5.15 吸油量的测定

按 GB/T 5211.15 中的规定进行测定。称取试样量 10g。

6 检验规则

6.1 工业氧化铁应由生产厂的质量监督检验部门按本标准的规定进行检验,生产厂应保证所有出厂的产品都符合本标准的要求。每批出厂的产品都应附有质量证明书。内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、型号、等级、净重、批号或生产日期、产品质量符合本标准的证明及本标准编号。

6.2 使用单位有权按照本标准的规定对所收到的工业氧化铁进行验收。

6.3 每批产品不超过 30t。

6.4 按照 GB/T 6678 第 6.6 条的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自包装袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样,将采得的样品混匀后,按四分法缩分至约 500g,分装于两个清洁干燥的具塞广口瓶中,密封。瓶上粘贴标签,注明:生产厂名、产品名称、型号、等级、批号,采样日期和采样者姓名。一瓶用于检验,另一瓶保存三个月备查。

6.5 检验结果如有一项指标不符合本标准的要求时,应重新自两倍量的包装中采样进行核验,核验结果即使有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品不能验收。

6.6 当供需双方对产品质量发生异议时,按《中华人民共和国产品质量法》的规定办理。

6.7 采用 GB 1250 规定的修约值比较法判定检验结果是否符合标准。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 工业氧化铁包装袋上应有牢固清晰的标志,内容包括:生产厂名、厂址、产品名称、商标、型号、等

级、净重、批号或生产日期及本标准编号。

7.2 工业氧化铁采用三层包装。内包装采用聚乙烯塑料薄膜袋,规格尺寸为:810mm×510mm,厚度为0.08mm。中层采用牛皮纸袋或聚乙烯塑料薄膜袋,规格尺寸为:750mm×470mm,牛皮纸袋厚度为0.1mm。外包装采用塑料编织袋,规格尺寸为:740mm×450mm,其性能和检验方法应符合 GB 8946 的规定。该产品每袋净重 25kg。

7.3 工业氧化铁的包装,内层、中层聚乙烯塑料薄膜袋用维尼龙绳或其他质量相当的绳人工扎口,或用与其相当的其他方式封口;中层牛皮纸袋用维尼龙线或其他质量相当的线缝口;外层在距袋边不小于 30mm 处折边,在距袋边不小于 15mm 处用维尼龙线或其他质量相当的线缝口,针距 7~12mm,缝线整齐,针距均匀,无漏线和跳线现象。

7.4 工业氧化铁在运输过程中应有遮盖物,防止雨淋、受潮。

7.5 工业氧化铁应贮存在阴凉、通风、干燥的库房内,不宜露天存放。

附 录 A
处理废液的方法
(补充件)

为了防止含汞废液的污染,测定主含量后的废液进行处理后方可排放。

A1 方法提要

在碱性介质中,用过量的硫化钠沉淀汞,用过氧化氢氧化过量的硫化钠,防止汞以多硫化物的形式溶解。

A2 操作步骤

将废液收集于约 50L 的容器中,当废液达约 40L 时依次加入 400mL40%的氢氧化钠溶液、100g 硫化钠($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$)摇匀。10min 后缓慢加入 400mL30%的过氧化氢溶液,充分混合,放置 24h 后将上部清液排入下水道,沉淀物转入另一容器中,由专人进行汞的回收。

上述操作中所用试剂均为工业级。

附加说明:

本标准由中华人民共和国化学工业部技术监督司提出。

本标准由化学工业部天津化工研究院归口。

本标准由化学工业部天津化工研究院、上海宝山钢铁(集团)公司负责起草。

本标准主要起草人李文强、张玮珍。

本标准参照采用 JIS K 1462—1981(86 年确认)《铁氧体用氧化铁》。