

ICS 73.080
D 51

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2956.2~2956.8—2001

硼镁矿石分析方法

Analytical methods for ascharite ores

2002-01-24 发布

2002-07-01 实施

国家经济贸易委员会 发布

备案号:10101—2002

HG/T 2956.4—2001

前 言

本标准是由推荐性化工行业标准 HG/T 2956.4—1982《硼镁矿石中全铁含量的分析方法》修订而成。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 2956.4—1982。

本标准由原国家石油和化学工业局政策法规司提出。

本标准由化学工业化学矿标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:化工部连云港设计研究院。

本标准主要起草人:王和平、张晓梅。

本标准于 1966 年首次发布为化工部部颁标准 HG 1—352—66《硼镁矿石统一分析方法》;1982 年发布为国家标准 GB 3447.4—82《硼镁矿石中全铁含量的分析方法》;1997 年调整为推荐性化工行业标准,原国家标准 GB 3447.4—82 废止,重新编号为 HG/T 2956.4—1982。

中华人民共和国化工行业标准

硼镁矿石中全铁含量的测定 重铬酸钾容量法

HG/T 2956.4—2001

代替 HG/T 2956.4—1982

Ascharite ores—Determination of total iron content—
Potassium dichromate volumetric method

1 范围

本标准规定了重铬酸钾容量法测定全铁含量。
本标准适用于硼镁矿石产品中全铁含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 601—1988 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 6682—1992 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3692:1987)

3 方法提要

试样用盐酸分解,钨酸钠-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,用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

4 试剂和溶液

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

4.1 盐酸溶液:1+1。

4.2 磷酸溶液:5+95。

4.3 硫磷混合酸溶液。

将 150 mL 硫酸缓缓加入 700 mL 水中,冷却后加入 150 mL 磷酸,混匀。

4.4 氯化亚锡溶液:50 g/L。

称取 5 g 氯化亚锡,溶于 20 mL 盐酸,用水稀释至 100 mL,摇匀,存放于棕色瓶中。

4.5 三氯化钛溶液。

15%三氯化钛溶液 1 mL 与 1+4 盐酸溶液 40 mL 混合,存放于棕色瓶中,上面再加一层液态石蜡,使用期 15 d 左右,呈无色或浑浊时即失效。

4.6 重铬酸钾标准滴定溶液: $c(1/6 K_2Cr_2O_7) = 0.0200 \text{ mol/L}$ 。

称取 0.9807 g 预先在 120℃干燥至恒重的基准重铬酸钾(GB 1259—1989),置于 250 mL 烧杯中,加水溶解后,移入 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.7 钨酸钠指示液。

称取 25 g 钨酸钠溶于 100 mL 磷酸溶液(4.2)。

国家经济贸易委员会 2002-01-24 批准

2002-07-01 实施

4.8 甲基橙指示液:1 g/L 水溶液。

4.9 二苯胺磺酸钠指示液:5 g/L。

称取 0.5 g 二苯胺磺酸钠,溶解于 100 mL 水中,加入 1~2 滴硫酸,摇匀,存放于棕色瓶中。

5 试样

试样通过 125 μm 试验筛(GB/T 6003.1),于 105~110 $^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h 以上,置于干燥器中冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 称取 0.1~0.5 g 试样板(精确至 0.000 2 g),于 250 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 30 mL 盐酸溶液,盖上表面皿,在电热板上加热,煮沸 30 min 后取下。

6.2 趁热滴加氯化亚锡溶液至溶液呈浅黄色,用水稀释至约 60 mL。加入 10 滴钨酸钠指示液、二滴甲基橙指示液、三滴二苯胺磺酸钠指示液,滴加三氯化钛溶液至溶液红色恰好消失,用水稀释至 100 mL。加入 15 mL 硫磷混合酸溶液,立即用重铬酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈稳定的蓝紫色为终点。

7 分析结果的表述

以质量百分数表示的全铁(以 Fe_2O_3 计)含量(X)按式(1)计算:

$$X = \frac{cV \times 0.07985}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——重铬酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

V ——重铬酸钾标准滴定溶液的体积, mL;

m ——试样的质量, g;

0.07985——与 1.00 mL 重铬酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的三氧化二铁质量。

8 允许差

取平行分析结果的算术平均值作为最终分析结果。同一实验室平行分析结果的绝对差值和不同实验室分析结果的绝对差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差 %

三氧化二铁(Fe_2O_3)含量	允 许 差	
	同一实验室	不同实验室
<10.00	0.20	0.25
≥ 10.00	0.25	0.30