

中华人民共和国稀土行业标准

XB/T 616.4—2012

钆铁合金化学分析方法 第4部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法

Chemical analysis methods of gadolinium ferroalloy—
Part 4: Determination of iron content—
Potassium dichromate titrimetry

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

XB/T 616—2012《钕铁合金化学分析方法》分 5 个部分：

- 第 1 部分：稀土总量的测定 重量法；
- 第 2 部分：稀土杂质量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 3 部分：钙、镁、铝、锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 4 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 5 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法。

本部分为 XB/T 616—2012 的第 4 部分。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分负责起草单位：赣州有色冶金研究所。

本部分起草单位：赣州有色冶金研究所。

本部分参加起草单位：湖南稀土金属材料研究所、赣州虔东实业集团股份有限公司、北京有色金属研究总院、赣州晨光稀土新材料有限公司、江门市科恒实业股份有限公司。

本部分主要起草人：邝静、刘鸿、钟道国、姚南红、刘荣丽、杨萍、陈燕、黄瑞甜、陈婕、朱霓、崔益新、陈云红、谢亚莉、陈伟。

钆铁合金化学分析方法

第4部分:铁量的测定

重铬酸钾滴定法

1 范围

XB/T 616 的本部分规定了钆铁合金中铁量的测定方法。

本部分适用于钆铁合金中铁量的测定。测定范围:10.00%~40.00%。

2 方法原理

试料用盐酸溶解后,以钨酸钠为指示剂,用三氯化钛将三价铁还原成二价铁,滴加重铬酸钾溶液氧化过量的三价钛,加入硫-磷混酸,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。

3 试剂和材料

3.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.2 磷酸(ρ 1.70 g/mL)。

3.3 硫-磷混酸:将 100 mL 硫酸(3.1)缓慢加入到 100 mL 磷酸(3.2)中。

3.4 盐酸(1+2)。

3.5 盐酸(1+3)。

3.6 盐酸(1+9)。

3.7 钨酸钠溶液(250 g/L):称取 25 g 钨酸钠于 95 mL 水中,加 5 mL 磷酸(3.2),混匀。

3.8 市售三氯化钛溶液(150 g/L~200 g/L)。

3.9 三氯化钛溶液(1+9):将市售三氯化钛溶液(3.8)用盐酸(3.6)稀释 10 倍,用时现配。

3.10 重铬酸钾(0.1 g/L)。

3.11 铁标准溶液:称取 2.000 0 g 纯金属铁丝(纯度大于 99.95%,使用前擦去表面氧化层),置于 250 mL 烧杯中,加入 120 mL 盐酸(3.4),置沸水浴上至溶解完全后,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此标准溶液 1 mL 含 2.0 mg 铁。

3.12 二苯胺磺酸钠(10 g/L)。

3.13 重铬酸钾标准溶液[$c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \approx 0.006 \text{ mol/L}$]

3.13.1 配制:称取 1.8 g 重铬酸钾(3.10)置于 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 水,至完全溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.13.2 标定:移取 20.00 mL 铁标准溶液(3.11),置于 300 mL 锥形瓶中,加入 40 mL 盐酸(3.5),加热至近沸,冷却至室温,加入水至体积为 150 mL 左右,加 1 mL 钨酸钠溶液(3.7),用三氯化钛溶液(3.9)滴至呈蓝色,滴加重铬酸钾溶液(3.10)至无色,加入 15 mL 硫-磷混酸(3.3),2 滴二苯胺磺酸钠溶液(3.12),用重铬酸钾标准溶液(3.13.1)滴定至刚变为紫色 30 s 不消失即为终点。

按式(1)计算重铬酸钾标准溶液:

$$c = \frac{m \times V_1}{(V_2 - V_3) \times 6 \times 55.85} \dots\dots\dots (1)$$