

### 铜渣尾矿化学分析方法 铁含量的测定 重铬酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of copper slag tailings—Part 1: Determination of iron content—Potassium bichromate titrimetric method

地方标准信息服务平台

2017 - 06 - 30 发布

2017 - 07 - 30 实施

---



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由铜陵有色金属集团股份有限公司稀贵金属分公司提出。

本标准由安徽省有色金属标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：铜陵有色金属集团股份有限公司稀贵金属分公司、铜陵有色金属集团控股有限公司技术中心、江西自立环保科技有限公司、铜陵有色金属集团股份有限公司金冠铜业分公司、金隆铜业有限公司、铜陵市特种设备监督检验中心。

本标准起草人：梁海卫、龚昌合、朱新生、黄巍巍、张永中、杨超、赵晓佩、彭康、钱庆长、吴凌志、李长春、吴智洋、陈燕、吴文霞。

地方标准信息服务平台



# 铜渣尾矿化学分析方法 铁含量的测定 重铬酸钾滴定法

## 1 范围

本标准规定了铜渣尾矿中铁含量的测定方法。

本标准适用于铜渣尾矿中铁含量的测定。测定范围：38.00%~60.00%。

## 2 方法提要

试样采用盐酸、氟化氢铵溶解，在盐酸介质中，氯化亚锡还原大部分铁，剩余少量铁由钨酸钠作指示剂三氯化钛还原，加入硫磷混酸，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

## 3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水、去离子水或相当纯度的水。

3.1 盐酸 ( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.2 硫酸 ( $\rho$ 1.84 g/mL)。

3.3 磷酸 ( $\rho$ 1.70 g/mL)。

3.4 盐酸 (1+1)。

3.5 盐酸 (1+5)。

3.6 硫酸 (1+99)。

3.7 硫磷混酸：将 150 mL 硫酸 (3.2) 缓慢注入 700 mL 水中并不断搅拌混合，冷却至室温，加入 150 mL 磷酸 (3.3)，混匀。

3.8 氟化氢铵饱和溶液。

3.9 氯化亚锡溶液 (60 g/L)：称取 6 g 氯化亚锡溶于 20 mL 盐酸 (3.1) 中，加热溶解，用水稀释至 100 mL，混匀。

3.10 三氯化钛溶液 (1+14)：移取 2 mL 三氯化钛溶液 15%~20% (m/V)，用盐酸 (3.5) 稀释至 30 mL，混匀。

3.11 硫酸铜溶液 (5 g/L)：称取 0.78 g 五水硫酸铜溶于 100 mL 水中。

3.12 钨酸钠溶液 (250 g/L)：称取 25 g 钨酸钠溶于适量水中，加入 5 mL 磷酸 (3.3)，用水稀释至 100 mL。

3.13 二苯胺磺酸钠溶液 (5 g/L)：称取 0.5 g 二苯胺磺酸钠溶解于 100 mL 硫酸 (3.6) 中。

3.14 重铬酸钾标准滴定溶液 [ $c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.0600$  mol/L]：称取 2.9419 g 重铬酸钾工作基准试剂（预先于  $120^\circ\text{C}\pm 2^\circ\text{C}$  烘至恒重），置于 500 mL 烧杯中，加水溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

## 4 试样

4.1 试样最大粒度不超过 100  $\mu\text{m}$ 。

4.2 试样在 100℃~105℃干燥 2 h，在干燥器中冷却至室温备用。

## 5 分析步骤

### 5.1 试料

称取试样 0.20 g，精确至 0.0001 g。

### 5.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

### 5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 5.4 测定

5.4.1 将试料 (5.1) 置于 500 mL 锥形瓶中，加 10 mL 氟化氢铵饱和溶液 (3.8)，10 mL 盐酸 (3.1)，盖上表面皿，于电热板上低温加热至试样溶解。

5.4.2 补加少量盐酸 (3.4)，趁热滴加氯化亚锡溶液 (3.9) 至试液呈浅黄色，冷却至室温，加水至 100 mL 左右，加 2 滴钨酸钠溶液 (3.12)，用三氯化钛溶液 (3.10) 滴至呈蓝色，再滴加 3 滴硫酸铜溶液 (3.11) 振荡至无色，立即加 15 mL 硫磷混酸 (3.7) 和 5 滴二苯胺磺酸钠溶液 (3.13)，用重铬酸钾标准滴定溶液 (3.14) 滴定至紫色，记下滴定体积。

## 6 分析结果的计算

铁的含量以铁的质量分数  $w_{Fe}$  计，单位以 % 表示，按公式 (1) 计算。

$$w_{Fe} = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times M}{m_0 \times 1000} \times 100 \quad \dots \dots \dots (1)$$

式中：

$c$  —— 重铬酸钾标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升 (mol /L) ；

$V_1$  —— 滴定试料溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL) ；

$V_0$  —— 滴定空白溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL) ；

$M$  —— 铁的摩尔质量，单位为克每摩尔 (g /mol) [ $M(Fe)=55.85$ ] ；

$m_0$  —— 试料的质量，单位为克 (g) 。

注：计算结果表示至小数点后两位。

## 7 精密度

### 7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限 ( $r$ )，超过重复性限 ( $r$ ) 的情况不超过 5%。重复性限 ( $r$ ) 按表1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表1 重复性限

$w_{Fe} / \%$	37.98	41.40	46.34	50.39	54.36	59.42
$r / \%$	0.15	0.22	0.29	0.35	0.43	0.51

## 7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ $R$ ），超过再现性限（ $R$ ）的情况不超过 5%。再现性限（ $R$ ）按表2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表2 再现性限

$w_{Fe} / \%$	37.98	41.40	46.34	50.39	54.36	59.42
$R / \%$	0.24	0.32	0.40	0.44	0.53	0.62

## 8 试验报告

试验报告应包含下列信息：

- a) 试样信息；
- b) 本标准编号；
- c) 实验室名称和地址；
- d) 检验及报告签发日期；
- e) 分析结果及其表述；
- f) 测定中观察到的异常现象。

地方标准信息服务平台