

前 言

本标准是对 GB/T 223.7—1981《合金及铁粉中铁量的测定》的修订。

本标准实施之日起,代替 GB/T 223.7—1981《合金及铁粉中铁量的测定 第二部分 三氯化钛-重铬酸钾容量法》。

本标准此次修订,名称改为《铁粉 铁含量的测定 重铬酸钾滴定法》。增加了“1 范围”、“2 规范性引用文件”、“5 仪器”、“6 取制样”、“9 精密度”、“10 试验报告”、“附录 A 等章节及内容,并对下列条文进行了修改:

——原 2,现为 4(修改本章名称及内容);

——原 3,现为 7(修改本章内容)。

本标准的附录 A 是资料性附录。

本标准由原国家冶金工业局提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:钢铁研究总院。

本标准参加起草单位:大冶钢厂,武汉钢铁(集团)公司,上海五钢(集团)有限公司,首钢总公司,北京矿冶研究总院。

本标准主要起草人:张香荣、戈儒彬。

本标准于 1981 年首次发布。



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.7—2002
代替 GB/T 223.7—1981

铁粉 铁含量的测定 重铬酸钾滴定法

Iron powder—Determination of iron content
—Potassium dichromate titration method

受控状态	受 控
受控编号	02-01
持 有 者	标准

2002-09-11 发布

2003-02-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

铁粉 铁含量的测定 重铬酸钾滴定法

1 范围

本标准规定了用重铬酸钾滴定法测定铁粉中铁含量的方法。

本方法适用于铁粉中质量分数大于 96% 的铁含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5314—1985 粉末冶金用粉末的取样方法

GB/T 12805—1991 实验室玻璃仪器 滴定管

GB/T 6379—1986 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性

3 原理

试料用盐酸溶解后,以靛红(A法)或用钨酸钠(B法)为指示剂,用二氯化锡和三氯化钛还原三价铁至二价铁,稀重铬酸钾溶液氧化过量的三价铁。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

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或去离子水或相当纯度的水。

4.1 氟化铵。

4.2 焦硫酸钾。

4.3 盐酸,1+1,以盐酸(ρ 约 1.19 g/mL)稀释。

4.4 硫酸-磷酸混合酸:

将 150 mL 磷酸(ρ 约 1.69 g/mL)注入 400 mL 水中,然后边搅拌边缓慢加入 150 mL 硫酸(ρ 约 1.84 g/mL),流水冷却,用水稀释至 1 L,混匀。

4.5 二氯化锡溶液,30 g/L。

称取 3.6 g 二氯化锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于 20 mL 盐酸(4.3)中,用水稀释至 100 mL,混匀。加一粒锡粒,置棕色瓶中保存。

4.6 三氯化钛溶液,40 g/L。

称取 1.2 g 金属钛,加 70 mL 盐酸(ρ 约 1.19 g/mL)溶解后,用水稀释至 100 mL,混匀后加 2 粒锌粒。或用市售的三氯化钛溶液配制。

4.7 三氯化钛溶液,4 g/L。

将三氯化钛溶液(4.6)用盐酸(4.3)稀释 10 倍,用时现配。

4.8 硫酸亚铁铵溶液,45 g/L。

称取 6.2 g 六水合硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于硫酸(5+95)中,用硫酸(5+95)稀释至 100 mL,混匀。

4.9 重铬酸钾溶液,0.5 g/L。

4.10 高锰酸钾溶液,4 g/L。

4.11 重铬酸钾标准滴定溶液, $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.050\ 0\ \text{mol/L}$ 。

称取 2.451 6 g 基准重铬酸钾(预先经 140℃~150℃烘干 2 h 后,置于干燥器中,冷却至室温)溶于水后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.12 钨酸钠指示剂溶液,250 g/L。

称取 25 g 钨酸钠溶于适量水中(若浑浊需过滤),加 5 mL 磷酸(ρ 约 1.69 g/mL),用水稀释至 100 mL,混匀。

4.13 靛红指示剂溶液,1 g/L。

称取 0.1 g 靛红溶于水中,加 5 滴硫酸(1+1),用水稀释至 100 mL,混匀。

4.14 二苯胺磺酸钠指示剂溶液,2 g/L。

称取 0.2 g 二苯胺磺酸钠溶于水中,用水稀释至 100 mL,混匀,保存在棕色瓶中。

5 仪器

5.1 滴定管,容量 50 mL,GB/T 12805 A 类。

其他均为普通的实验室仪器。

6 取制样

按 GB/T 5314 进行取样。

制样时试样粒度应小于 0.090 mm。

7 分析步骤

7.1 试料

称取约 0.14 g 试样,精确至 0.000 1 g。分析中可适当调整试料量,以控制滴定消耗重铬酸钾标准滴定溶液(4.11)的体积在 45 mL~50 mL。

7.2 空白试验

移取 2.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.8)代替试料,采用与测定完全相同的试剂和用量[但在 B 法中,不加二氯化锡溶液(4.5)]按相同的分析步骤,进行平行操作。以重铬酸钾标准滴定溶液(4.11)滴定至终点,记下消耗重铬酸钾标准滴定溶液(4.11)的体积 V_1 。再加入 2.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.8),以重铬酸钾标准滴定溶液(4.11)滴定至终点,记下消耗重铬酸钾标准滴定溶液(4.11)的体积 V_2 。

7.3 测定

7.3.1 试料溶解

将试料(7.1)置于 250 mL 烧杯中,加 30 mL 盐酸(4.3),盖上表面皿,低温加热至试料完全溶解。试料难溶时可加少许氟化铵助溶,盐酸(4.3)可增加至 40 mL,或过滤残渣、灼烧灰化,用约 1 g 焦硫酸钾熔融残渣。

7.3.2 还原

任选下列一种方法进行还原并氧化过量的三氯化钛:

A 法:用少量水吹洗表面皿和烧杯内壁,加 4 滴靛红溶液(4.13),滴加三氯化钛溶液(4.6)至溶液呈蓝色,再滴加三氯化钛溶液(4.7)至溶液呈淡黄色,用重铬酸钾溶液(4.9)回滴至溶液呈稳定蓝色。立即进行 7.3.3 步骤。

B 法:用少量水吹洗表面皿和烧杯内壁,边搅拌边逐滴加入二氯化锡溶液(4.5),至溶液呈淡黄色,

流水冷却至室温。若二氯化锡(4.5)过量,应滴加少量高锰酸钾溶液(4.10)至溶液呈淡黄色。加入15滴钨酸钠溶液(4.12),滴加三氯化钛溶液(4.6)至溶液出现蓝色并过量1滴~2滴,用重铬酸钾溶液(4.9)回滴至蓝色消失。立即进行7.3.3步骤。

7.3.3 滴定

用少量水吹洗烧杯内壁,加入20 mL 硫酸-磷酸混合酸(4.4),加5滴二苯胺磺酸钠溶液(4.14),用重铬酸钾标准滴定溶液(4.11)滴定至紫色30 s不消失为终点。

注:滴定与配制重铬酸钾标准滴定溶液的温度应保持一致,否则应进行体积校正。温度每变化1℃,溶液体积的相对变化率约为0.02%。即当滴定温度每高于配制温度1℃时,重铬酸钾标准滴定溶液的浓度相对地降低约0.02%。

8 结果计算

铁含量以质量分数 W_{Fe} 计,数值以%表示,按下列公式计算:

$$W_{\text{Fe}} = \frac{c[V - (V_1 - V_2)] \times \frac{55.85}{1\,000}}{m} \times 100$$

式中:

V ——滴定试液所消耗重铬酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_1 ——试剂空白溶液第一次滴定所消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——试剂空白溶液第二次滴定所消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——重铬酸钾标准滴定溶液的浓度 [$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$],单位为摩尔每升(mol/L);

m ——试料质量,单位为克(g);

55.85——铁的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

计算结果表示到小数点后两位。

9 精密度

9.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值的范围内,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)按以下数据采用线性内插法求得:

铁含量(质量分数)(%)	96.18	98.37	99.54
A法 r (%)	0.33	0.32	0.42
B法 r (%)	0.32	0.28	0.37

9.2 再现性

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值的范围内,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)按以下数据采用线性内插法求得:

铁含量(质量分数)(%)	96.18	98.37	99.54
A法 R (%)	0.75	0.82	0.82
B法 R (%)	0.53	0.64	0.95

统计数据参见附录A。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 所有辨别样品、实验室和试验日期所需的资料;
- b) 使用的标准和方法(A 法、B 法);
- c) 试验结果及表示;
- d) 试验中观察到的异常现象;
- e) 任何本标准中未规定的操作,或任何可能影响结果的操作。

附录 A
(资料性附录)

从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据

A 法:

样品的标识	a	b	c
参加试验室的数目	7	7	7
可接受结果的数目	7	7	7
平均值(%)	96.18	98.37	99.54
重复性标准差(S_r)	0.12	0.11	0.15
重复性变异系数	0.12%	0.12%	0.15%
重复性限(r)($2.8 \times S_r$)	0.33	0.32	0.42
再现性标准差(S_R)	0.26	0.29	0.29
再现性变异系数	0.27%	0.30%	0.29%
再现性限(R)($2.8 \times S_R$)	0.75	0.82	0.82

B 法:

样品的标识	a	b	c
参加试验室的数目	7	7	7
可接受结果的数目	7	7	7
平均值(%)	96.17	98.38	99.51
重复性标准差(S_r)	0.12	0.10	0.13
重复性变异系数	0.12%	0.10%	0.13%
重复性限(r)($2.8 \times S_r$)	0.32	0.28	0.37
再现性标准差(S_R)	0.19	0.23	0.34
再现性变异系数	0.20%	0.23%	0.34%
再现性限(R)($2.8 \times S_R$)	0.53	0.64	0.95

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
铁 粉 铁 含 量 的 测 定
重 铬 酸 钾 滴 定 法
GB/T 223.7—2002

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 12 千字
2002 年 12 月第一版 2002 年 12 月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-19012 定价 10.00 元
网址 www.bzcbbs.com

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 223.7—2002