

UDC 669.74:543.062  
H 11



# 中华人民共和国国家标准

GB 8654.2—88

---

## 金属锰化学分析方法 三氯化钛-重铬酸钾容量法测定铁量

Methods for chemical analysis of manganese metal  
The titanium trichloride-potassium dichromate volumetric  
method for the determination of iron content

1988-01-18 发布

1989-02-01 实施

---

国家标准局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 金属锰化学分析方法 三氯化钛-重铬酸钾容量法测定铁量

UDC 669.74  
:543.062

GB 8654.2-88

Methods for chemical analysis of manganese metal  
The titanium trichloride-potassium dichromate volumetric  
method for the determination of iron content

本标准适用于金属锰中铁量的测定。测定范围:1.00%~5.00%。

本标准不适用于含铜量大于0.20%的金属锰中铁量的测定。

本标准遵守 GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

### 1 方法提要

试样用盐酸分解,以三氯化钛还原三价铁为二价铁,过量的三氯化钛与钨酸根作用生成“钨蓝”,滴加重铬酸钾溶液至蓝色消失,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准溶液滴定至终点。

### 2 试剂

2.1 氟化钠。

2.2 盐酸(1+1)。

2.3 钨酸钠溶液(25%):称取25g钨酸钠溶于适量水中加入10ml磷酸( $\rho$  1.71 g/ml),用水稀释至100ml,混匀。

2.4 三氯化钛溶液(1+10):取1份三氯化钛溶液(15%~20%),用10份盐酸(5+95)稀释,置于棕色滴瓶中。使用前配制。

2.5 硫磷混酸:在搅拌下将200ml硫酸缓慢加入到500ml水中,冷却后,再加入300ml磷酸,混匀。

2.6 重铬酸钾标准溶液: $C(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7) = 0.015 \text{ mol/l}$ 。

称取0.7355g预先在150℃烘干2h的重铬酸钾(基准试剂)溶于水中,移入1000ml容量瓶中,稀释至刻度,混匀。此溶液对铁的滴定度为0.0008377g Fe/ml。

2.7 重铬酸钾溶液: $C(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7) \approx 0.0075 \text{ mol/l}$ 。

移取50ml重铬酸钾标准溶液(2.6),用水稀释至100ml,混匀。

2.8 硫酸亚铁铵溶液: $C[(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O] \approx 0.02 \text{ mol/l}$ 。

称取7.8g硫酸亚铁铵 $[(NH_4)_2SO_4 \cdot FeSO_4 \cdot 6H_2O]$ ,用硫酸(5+95)溶解并稀释至1000ml,混匀。

2.9 二苯胺磺酸钠指示剂溶液(0.2%)。

### 3 试样

试样应全部通过0.177mm筛孔。

### 4 分析步骤

#### 4.1 试样量