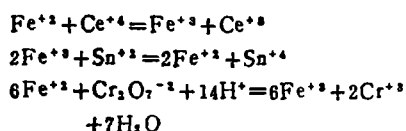


亚铁与全铁的连续测定

四川省地质局403队实验室 邓大中 杨维玢 谢雨萍 高庆鲁

亚铁和全铁的测定,一般采用分测法。我们从测定亚铁和全铁的个性与共性出发,考虑到某些富铁矿易于为盐酸—氟化钠完全分解,建议先用铈盐滴定亚铁,再用二氯化锡将铁全部还原,并以重铬酸钾滴定,即得全铁。这种方法经生产实践证明,不仅快而省,而且亦符合质量要求。其主要反应式是:



主要试剂

(1) 硫酸铈标准溶液 0.015N (5% 硫酸溶液), 其浓度用标准三氧化二铁标定。

(2) 重铬酸钾标准溶液 0.03N, 其浓度用标准三氧化二铁标定。

分析程序

称取0.1克样品放入300毫升三角瓶中, 加入1克碳酸氢钠, 0.2克氟化钠, 20毫升浓

盐酸, 盖上磁坩埚盖, 加热溶解10~15分钟。接着加入10毫升饱和硼酸, 90毫升水, 塞上橡皮塞使与空气隔绝。迅速冷却至室温后, 再加入15%硫-磷混合酸10毫升, 0.5%二苯胺磺酸钠3滴, 用0.015N 硫酸铈标准溶液滴定, 出现稳定的紫蓝色, 即为亚铁终点。以后, 将5毫升浓盐酸加入滴定后的溶液中加热至沸, 滴加10%二氯化锡, 至溶液呈无色后过量4滴, 冷却至室温, 加入15毫升饱和氯化高汞, 用0.03N 重铬酸钾标准溶液滴定至紫蓝色, 即为全铁终点。

讨论

(1) 三价铈无色, 对二氯化锡还原铁不产生任何影响, 对全铁的测定亦无妨碍。

(2) 硫酸铈与重铬酸钾一样稳定。在10~35℃时存放一年, 其浓度几乎无变化, 在滴定时并不氧化氯离子。

(3) 本法用于富铁矿中测定亚铁和全铁, 所得结果与分测法测定结果相符(见表), 并有良好的再现性。

分测与连测的结果对比表

样品编号	FeO, %		TFe, %		备 注
	分 测	连 测	分 测	连 测	
733-170	14.40	14.35, 14.35	48.70	48.77, 48.72	磁 铁 矿
174	17.40	17.50, 17.55	57.98	58.10, 58.10	磁 铁 矿
177	15.60	15.83, 15.75	52.75	52.45, 52.55	磁 铁 矿
182	14.45	14.45, 14.50	48.55	48.58, 48.52	磁 铁 矿
151	13.60	13.60, 13.60	46.34	46.27, 46.32	磁 铁 矿
734-4	23.32	23.40, 23.40	70.00	70.10, 70.18	铁镍磁铁矿
10	21.42	21.30, 21.35	61.64	61.50, 61.40	铁镍磁铁矿
15	3.82	3.90, 3.85	45.10	45.46, 45.46	赤 铁 矿
16	3.82	3.80, 3.80	37.10	37.23, 37.40	赤 铁 矿