



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 26416.4—2010

---

## 镝铁合金化学分析方法 第4部分：铁量的测定 重铬酸钾容量法

Chemical analysis methods of dysprosium ferroalloy—  
Part 4: Determination of iron content—  
The potassium dichromate titrimetry

2011-01-14 发布

2011-11-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

GB/T 26416《钢铁合金化学分析方法》共分 5 个部分：

- 第 1 部分：稀土总量的测定 重量法；
- 第 2 部分：稀土杂质含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 3 部分：钙、镁、铝、硅、镍、钼、钨量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 4 部分：铁量的测定 重铬酸钾容量法；
- 第 5 部分：氧量的测定 脉冲-红外吸收法。

本部分为第 4 部分。

本部分由全国稀土标准化技术委员会(SAC/TC 229)归口。

本部分由包头稀土研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由包头稀土研究院起草。

本部分由赣州虔东稀土集团股份有限公司、包头玺骏稀土有限公司参加起草。

本部分主要起草人：高励珍、王东杰、郝茜。

本部分参加起草人：姚南红、陈婕、朱霓、靳宏霞。

# 镉铁合金化学分析方法

## 第4部分:铁量的测定

### 重铬酸钾容量法

#### 1 范围

GB/T 26416 的本部分规定了镉铁合金中铁量的测定方法。

本部分适用于镉铁合金中铁量的测定。测定范围:10.00%~30.00%。

#### 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至生成“钨蓝”,再滴加重铬酸钾初调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 盐酸( $\rho$ 1.19 g/mL)。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 盐酸(1+9)。

3.4 市售三氯化钛溶液(150~200 g/mL)。

3.5 三氯化钛溶液(1+19):将市售三氯化钛溶液(3.4)用盐酸(3.3)稀释20倍,用时现配。

3.6 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)。

3.7 磷酸( $\rho$ 1.70 g/mL)。

3.8 硫酸(5+95)。

3.9 钨酸钠溶液(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(3.7),用水稀释至100 mL,混匀。

3.10 硫磷混酸:将300 mL 硫酸(3.6)在不断搅拌下缓慢注入500 mL 水中,再加入300 mL 磷酸(3.7),用水稀释至1000 mL,混匀。

3.11 硫酸亚铁铵溶液 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ (约0.06 mol/L):称取25 g 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(3.8)中,用硫酸(3.8)稀释至1000 mL 水,混匀。

3.12 重铬酸钾标准溶液 $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.01038$  mol/L:称取6.1072 g 基准重铬酸钾(预先经150 °C 烘干1 h后,置于干燥器中,冷却至室温)溶于水后,移入2000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.13 重铬酸钾初调溶液 $c(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)\approx 0.0030$  mol/L:称取1.7651 g 重铬酸钾(分析纯)溶于水后,移入2000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.14 二苯胺磺酸钠指示剂(5 g/L)。

#### 4 仪器

滴定管,容量25 mL,其他均为普通实验室仪器。

#### 5 试样

将试样去掉表面氧化层,取样后立即称量。