

# 金刚石砂轮中全铁的分析新方法

智红梅, 闫国进, 付家鑫

(河南工业大学, 河南 郑州 450007)

**摘要:** 报道了无汞测铁技术应用于金刚石砂轮中全铁的测定新方法。用甲基橙作为 $\text{SnCl}_2$ 还原 $\text{Fe}^{3+}$ 的指示剂, 再用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液滴定亚铁。试验结果表明, 该法简单、快速、准确可靠对环境无汞污染。

**关键词:** 滴定分析; 新方法; 无汞测铁; 金刚石砂轮; 甲基橙; 标准溶液; 指示剂

中图分类号: TQ 164 文献标识码: A 文章编号: 1673- 1433(2007)01- 0029- 02

## The new analytical method for whole iron in diamond wheel

ZHI Hong-mei, YAN Guo-jin, FU Jia-xin

(Henan University of Technology, Zhengzhou 450007, China)

**Abstract** This paper reports a new method for analyzing whole iron in diamond wheel which uses the technique of iron measurement without mercury.  $\text{Fe}^{3+}$  is deoxidized with the  $\text{SnCl}_2$  using methyl orange as the indicator, then titrating  $\text{Fe}^{2+}$  with standard solution  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ . The experiment results indicated that this method is accurate, simple and efficient without mercurial pollution to the environment.

**Keywords:** methyl orange; standard solution; diamond wheel; indicator; titration analysis; new method

## 0 前言

金刚石砂轮中全铁的分析一般是在浓热的盐酸溶液中, 用 $\text{SnCl}_2$ 将 $\text{Fe}^{3+}$ 还原为 $\text{Fe}^{2+}$ , 过量的 $\text{SnCl}_2$ 用 $\text{HgCl}_2$ 氧化除去, 再用重铬酸钾标准溶液滴定。无汞测定铁, 可采用三氯化钛还原铁、金属还原剂还原铁、氯化亚锡还原铁、硅钼酸和亚甲基蓝等, 但都存在指示剂价格昂贵、操作麻烦, 所以急需对现有的方法给予改进。

本文在文献[1, 2]的基础上, 将无汞滴定铁的方

法应用于金刚石砂轮中全铁的测定, 用甲基橙作 $\text{SnCl}_2$ 还原 $\text{Fe}^{3+}$ 的指示剂, 再用 $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 标准溶液滴定亚铁。该法结果准确, 方法简单, 对环境无污染, 值得推广。

## 1 试验部分

### 1.1 主要试剂

(1) 氯化亚锡溶液<sup>[3]</sup>: 其 $\rho(\text{SnCl}_2)$ 为 $200 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ; 称取 $\text{SnCl}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  20g, 溶于100mL的 $\text{HCl}(1+3)$

中, 加入锡片1g。

收稿日期: 2006- 08- 15

作者简介: 智红梅(1968- ), 女, 高级工程师, 主要从事材料分析、金刚石与磨料磨具的教学与科研工作。

(2) 重铬酸钾标准溶液: 其  $C(K_2Cr_2O_7)$  为  $0.006 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ ;

(3) 硫磷混合酸: 将 150mL 浓硫酸缓慢加入 700mL 水中, 冷却后加入磷酸 150mL, 混匀;

(4) 二苯胺磺酸钠指示剂: 其质量浓度为  $5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ;

称取二苯胺磺酸钠 0.5g 溶于 100mL 的水中, 加入硫酸(1+1)2mL。

(5) 氟化钠溶液: 其  $\rho(\text{NaF})$  为  $50 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ ;

(6) 甲基橙<sup>[4]</sup>: 其质量浓度为  $0.5 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$ 。

## 1.2 试验方法

称取试样 0.2g 于 300mL 的锥形瓶中, 加入  $50 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  的氟化钠溶液 10mL、盐酸 15mL。低温加热, 滴加过氧化氢溶解, 溶解完后蒸干, 冷却后加水 10mL, 加 HCl(1+1)20mL, 加热近沸, 趁热滴加甲基橙 6 滴, 边摇边慢慢滴加  $200 \text{ g} \cdot \text{L}^{-1}$  的氯化亚锡溶液至溶液由橙红至无色, 流水冷却, 加蒸馏水 20mL, 加硫-磷混合酸 10mL, 二苯胺磺酸钠指示剂 3 滴, 立即用  $0.006 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  的  $K_2Cr_2O_7$  标准溶液滴定至稳定的红紫色即达终点。

计算公式:

$$\text{Fe}(\%) = C \cdot V \cdot 6 \cdot 56 \cdot 100 / 1000$$

式中:  $C$ —重铬酸钾标准溶液浓度: ( $\text{mol} \cdot \text{L}^{-1}$ );

$V$ —滴定时消耗重铬酸钾标准溶液的体积 (mL)。

## 2 结果与讨论

### 2.1 滴定的酸度选择

由于甲基橙指示剂本身是酸碱指示剂, 甲基橙的变色终点与溶液的酸度有关<sup>[4]</sup>, 在  $\text{Cl}^-$  存在时,  $\text{Fe}^{3+}$  显黄色, 所以不同的酸度条件下试验结果不同。

当浓盐酸为 10mL, 加蒸馏水 20mL, 溶液的酸度为  $4 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$ , 溶液褪色明显。当酸度小于  $4 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  时, 溶液褪色缓慢, 还原终点拖后。酸度大于  $4 \text{ mol} \cdot \text{L}^{-1}$  时, 甲基橙先被二氯化锡还原剂还原为无色, 不能指示  $\text{Fe}^{3+}$  的还原。

### 2.2 甲基橙作为二氯化锡还原 $\text{Fe}^{3+}$ 的指示剂原理

甲基橙作为二氯化锡还原  $\text{Fe}^{3+}$  的指示剂不仅可以判断还原终点, 且有消除略微过量亚锡离子的作

用。这是由于  $\text{Sn}^{2+}$  将  $\text{Fe}^{3+}$  还原完毕后, 甲基橙被还原成氢化甲基橙而褪色, 从而指示了还原终点。氢化甲基橙还能继续氧化过量的亚锡离子, 自身再被还原成对氨基苯磺酸和  $N, N$ -二甲基对苯二胺, 从而消除了过量的亚锡离子的干扰。

### 2.3 重铬酸钾标准溶液滴定亚铁时指示剂的选择及干扰消除

试验证明, 二苯胺磺酸钠指示剂比  $N$ -苯代邻氨基苯甲酸指示剂指示终点明显。滴定时, 磷酸的存在可使滴定产生的  $\text{Fe}^{3+}$  转变为稳定的无色的  $\text{Fe}(\text{HPO}_4)_2^-$ 。一方面, 消除了  $\text{Fe}^{3+}$  的黄色干扰, 便于观察滴定终点; 另一方面, 磷酸同  $\text{Fe}^{3+}$  形成了络合物, 降低了  $\text{Fe}^{3+}$  的浓度, 因而降低了  $\text{Fe}^{3+} / \text{Fe}^{2+}$  电对的电位。这样在到达终点时, 不仅能使电位突跃部分增大(突跃开始时的电位降低了), 而且可以避免二苯胺磺酸钠指示剂 ( $E \approx 0.85\text{V}$ ) 被  $\text{Fe}^{3+}$  氧化而过早地改变颜色, 以消除终点提前现象。

### 2.4 样品分析结果

按试验方法, 测定了金刚石砂轮样品, 其结果见表 1。

表 1 样品测定结果

Table 1 Sample testing result  $w(\text{Fe})/10^{-2}$

样号	测定结果	平均值	RSD (%)
001	37.20, 37.32, 37.34, 37.40, 37.52	37.36	0.32
002	52.22, 52.38, 52.32, 52.89, 52.02	52.37	0.62
003	37.24, 37.26, 37.36, 37.44, 37.48	37.36	0.28
004	53.16, 53.96, 53.56, 53.39, 52.68	53.35	0.89

### 参考文献:

- [1] 赵藻藩 分析化学实验(第三版)[M] 北京: 科学出版社, 1990: 317-318
- [2] 徐盘明, 赵祥大 实用金属材料分析方法[M] 合肥: 中国科学技术大学出版社, 1990: 681
- [3] 范春华 氯化亚锡储备液的配制[J]. 理化检验-化学分册, 2001, 37(3): 140
- [4] 陈金身, 张林琪, 陈方平 甲基橙的光度分析[J]. 郑州工业高等专科学校学报, 2001(1).