

YS/T 360.1—2011

- c) 分析结果及其表示;
 - d) 与基本分析步骤的差异;
 - e) 测定中观察到的异常现象;
 - f) 试验日期。
-

YS/T 360.1—2011

ICS 77.120.90
H 64

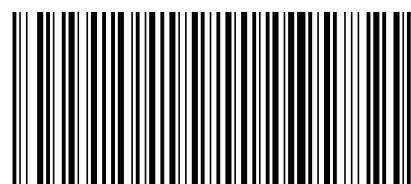
YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 360.1—2011
代替 YS/T 360—1994

**钛铁矿精矿化学分析方法
第 1 部分: 二氧化钛量的测定
硫酸铁铵滴定法**

**Methods of chemical analysis for ilmenite concentrate—
Part 1: Determination of titanium dioxide content—
Ferric ammonium sulfate titration**



YS/T 360.1—2011

版权专有 侵权必究

*

书号: 155066 · 2-23691

定价: 14.00 元

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

中华人民共和国有色金属
行业标准
钛铁矿精矿化学分析方法
第1部分：二氧化钛量的测定
硫酸铁铵滴定法
YS/T 360.1—2011

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2012年6月第一版 2012年6月第一次印刷

书号: 155066·2-23691 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107

6 分析结果的计算

二氧化钛的含量以二氧化钛(TiO₂)的质量分数 w_{TiO_2} 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_{TiO_2} = \frac{c \cdot (V_2 - V_1)}{1\ 000 \times m_0} \times 79.88 \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- c ——硫酸铁铵标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 - V_2 ——滴定试液时所消耗的硫酸铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 - V_1 ——滴定随同试样空白溶液所消耗的硫酸铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);
 - m_0 ——试料质量,单位为克(g);
 - 79.88 ——二氧化钛的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。
- 计算结果表示到小数点后两位。

7 精密度

7.1 重复性

在重复性条件下获得的两个独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过5%。重复性限(r)按表1数据采用线性内插法求得。

表 1

二氧化钛的质量分数/%	44.02	47.86	49.79	51.80	58.41
重复性限 r /%	0.33	0.39	0.42	0.51	0.54

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

二氧化钛的质量分数/%	允许差/%
30.00~50.00	0.60
>50.00~70.00	0.80

8 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- a) 试样;
- b) 本标准号;

- V ——3份二氧化钛溶液所消耗的硫酸铁铵标准滴定溶液体积的平均值,单位为毫升(mL);
 V_0 ——空白试验所消耗硫酸铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4 试样

- 4.1 试样粒度应不大于 90 μm 。
 4.2 试样需预先在 105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h,置于干燥器中,冷却至室温。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.200 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 测定次数

独立地进行三次测定,取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

- 5.4.1 将试料(5.1)置于 30 mL 瓷坩埚中,加入 8 g~10 g 焦硫酸钾(3.1),盖上坩埚盖,放入 400 $^{\circ}\text{C}$ ~500 $^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中放置 10 min,炉温升至 700 $^{\circ}\text{C}$ ~750 $^{\circ}\text{C}$ 时熔融 10 min~15 min,取出,冷却。
 5.4.2 用滤纸擦净坩埚外壁,连同坩埚盖置于预先盛有 80 mL 盐酸(3.6)和 20 mL 硫酸(3.7)的 250 mL 烧杯中,浸出熔块,加热溶解,用热水洗净坩埚及盖,取下。将溶液移入 500 mL 锥形瓶中,保持体积为 130 mL~150 mL,稍加热,取下。
 5.4.3 如果试样难溶于焦硫酸钾,而且含锡和铬大于 1 mg,钒大于 0.5 mg 时,称取 0.2 g 试料(5.1)于 30 mL 铁坩埚中,加 3 g 过氧化钠(3.3)混匀,上面再覆盖 1 g 过氧化钠(3.3),于喷灯上熔融至亮红色,再熔融 2 min~3 min,冷却后,放入预先盛有 150 mL 水的 400 mL 烧杯中,浸出熔块,用硫酸(3.8)和水洗净坩埚,加热煮沸 2 min~3 min,取下,待沉淀下降后以倾斜法过滤。用碳酸钠溶液(3.9)洗涤烧杯和沉淀各 2 次,于原烧杯中加入 100 mL 盐酸(3.6)溶液并加热至沸取下,用此酸溶解沉淀于 500 mL 锥形瓶中,以热水洗涤原烧杯及滤纸至无三价铁的黄色为止。于溶液中加入 20 mL 硫酸(3.7),保持体积为 130 mL~150 mL,以下按 5.4.5~5.4.6 进行操作。
 5.4.4 如果试样含锡和铬小于 1 mg,钒小于 0.5 mg,而且需要用过氧化钠(3.3)熔融时,可不经分离。试样熔融后,放入 250 mL 烧杯中用 30 mL~40 mL 热水浸出,用硫酸(3.8)和水洗净坩埚,于溶液中加入 20 mL 硫酸(3.7)及 50 mL 盐酸(3.5),然后移入 500 mL 锥形瓶中微微加热使铁屑溶解,保持体积为 130 mL~150 mL,以下按 5.4.5~5.4.6 进行操作。
 5.4.5 分次加入 2 g~3 g 铝箔(3.4),时时摇动,待大部分铝箔溶解后,以盛有适量碳酸氢钠饱和溶液(3.10)的盖氏漏斗塞住瓶口。在低温电炉上加热至铝箔全部溶解并冒大气泡,再煮沸 1 min~2 min,取下,向盖氏漏斗中随时补加适量碳酸氢钠饱和溶液(3.10),以保持锥形瓶中试液与空气的隔绝,并用流水冷却至室温。
 5.4.6 取下盖氏漏斗,向锥形瓶中迅速加入 10 mL 硫氰酸铵溶液(3.11),立即用硫酸铁铵标准滴定溶液(3.12)滴定至试液呈稳定橙红色即为终点。

前 言

YS/T 360《钛铁矿精矿化学分析方法》分为六个部分:

- 第 1 部分:二氧化钛量的测定 硫酸铁铵滴定法;
- 第 2 部分:全铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 3 部分:氧化亚铁量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 4 部分:氧化铝量的测定 EDTA 滴定法;
- 第 5 部分:二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法;
- 第 6 部分:氧化钙、氧化镁、磷量的测定 等离子体发射光谱法。

本部分为 YS/T 360 第 1 部分。

本部分代替 YS/T 360—1994《钛铁矿(砂矿)精矿化学分析方法》(原 YB 878—76)的第二部分《二氧化钛的测定》。

本部分与 YS/T 360—1994 相比,主要变化如下:

- 规定了测定范围:30%~70%;
- 计算公式采用国际计量单位;
- 增加了重复性限。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本标准起草单位:遵义钛业股份有限公司、金川集团有限公司、云南新立有色金属有限公司、抚顺钛业有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本标准主要起草人:张瑾洁、杨再江、罗霖、喻生洁、张健、庄军、张江峰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- YB 878—1976;
- YS/T 360—1994。