

ICS 77.120.99

CCS H 14

**YS**

# 中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 358.2—202X

---

## 钽铁、铌铁精矿化学分析方法 第 2 部分：二氧化钛含量的测定 双安替吡 啉甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原 子发射光谱法

Methods for chemical analysis of tantalite, columbite concentrates—  
Part 2: Determination of titanium dioxide content—  
Diantipyrinyl methane spectrophotometric and Inductively coupled  
plasma atomic emission spectrometry

(讨论稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部

发布



## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 YS/T 358《钽铁、铌铁精矿化学分析方法》的第2部分。YS/T 358 已经发布了以下部分：

- 第1部分：钽、铌量的测定 纸上色层重量法；
- 第2部分：二氧化钛量的测定 双安替吡啉甲烷分光光度法；
- 第3部分：二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和重量法；
- 第4部分：三氧化钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法；
- 第5部分：铀量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第6部分：氧化钪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第7部分：铁量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第8部分：亚铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第9部分：铈量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第10部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法；
- 第11部分：锰量的测定 原子吸收光谱法；
- 第12部分：湿存水量的测定 重量法。

本文件代替 YS/T 358.2-2011《钽铁、铌铁精矿化学分析方法 第2部分：二氧化钛含量的测定 双安替吡啉甲烷分光光度法》，与 YS/T 358.2-2011 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

**a) 更改了方法一；**

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 本文件 1976 年首次发布为 YB 874—76，1994 年第一次修订为 YS/T 358—1994，2011 年第二次修订为 YS/T 358.2—2011；
- 本次为第三次修订。

## 引 言

。

# 钽铁、铌铁精矿化学分析方法

## 第2部分：二氧化钛含量的测定

### 双安替吡啉甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法

#### 1 范围

本文件规定了钽铁、铌铁精矿中二氧化钛含量的测定方法。

本文件适用于钽铁、铌铁精矿中二氧化钛含量的测定，包含双安替吡啉甲烷分光光度法（方法一）和电感耦合等离子体原子发射光谱法（方法二）。方法一测定范围（质量分数）：0.050%~2.00%，方法二测定范围（质量分数）：2.00%~10.00%。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 双安替吡啉甲烷分光光度法（方法一）

##### 4.1 原理

试料以焦硫酸钾熔融，草酸络合主成份钽、铌及钨、铁等，抗坏血酸还原铁，控制酸度后加入双安替吡啉甲烷与钛形成络合物，于分光光度计波长420nm处测量其吸光度，通过工作曲线计算二氧化钛含量。

##### 4.2 试剂或材料

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

- 4.2.1 水，GB/T 6682，二级。
- 4.2.2 焦硫酸钾。
- 4.2.3 草酸溶液（100 g/L）。
- 4.2.4 硫酸（1+1）。
- 4.2.5 抗坏血酸溶液（100 g/L，用时现配）。
- 4.2.6 浸取液：称取5 g草酸（4.2.3）溶于100 mL硫酸溶液（1+9）中。

4.2.7 双安替吡啉甲烷溶液（20 g/L）：称取 20 g 双安替吡啉甲烷溶于 500 mL 盐酸溶液（1+2）中，用水稀释至 1 000 mL。

4.2.8 二氧化钛标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 二氧化钛 [ $w(\text{TiO}_2) \geq 99.95\%$ ] 置于 250 mL 烧杯中，加入 5 g 硫酸铵（4.2.2）和 10 mL 硫酸（4.2.4），加热至溶解完全，取下冷却，用水吹洗烧杯并加水至 100 mL，加热溶解，取下冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  二氧化钛。或采用有证标准溶液。

#### 4.3 仪器设备

分光光度计。

#### 4.4 样品

4.4.1 样品粒度小于 0.074 mm。

4.4.2 样品预先在 105  $^{\circ}\text{C}$ ~110  $^{\circ}\text{C}$  烘 2 h，置于干燥器中冷却至室温。

#### 4.5 试验步骤

##### 4.5.1 试料

按表 1 称取样品（4.4），精确至 0.000 1 g。

表 1 样品称取量

二氧化钛含量/%	试料/g	分取体积/mL
0.050~0.50	0.50	10
>0.50~2.00	0.50	2

##### 4.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

##### 4.5.3 空白试验

随同试料（4.5.1）进行空白试验。

##### 4.5.4 分析试液的制备

4.5.4.1 将试料（4.5.1）置于 30 mL 瓷坩埚中，加入 6 g 焦硫酸钾（4.2.2），低温赶去水分，摇动坩埚使试料散开，将坩埚置于 750  $^{\circ}\text{C}$ ~800  $^{\circ}\text{C}$  高温炉中熔融 10 min，取出冷却。放入预先盛有 50 mL 浸取液（4.2.6）的 250 mL 烧杯中，加热使熔块溶解并用浸取液（4.2.6）洗净坩埚，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用浸取液（4.2.6）稀释至刻度，混匀，干过滤。

4.5.4.2 按表 1 分取试液（4.5.4.1）于 50 mL 容量瓶中，加入 1 mL 抗坏血酸溶液（4.2.5），混匀，加入 6 mL 硫酸（4.2.4）和 20 mL 双安替吡啉甲烷溶液（4.2.7），混匀，用水稀释至刻度，混匀，待测。放置 1 h 后，用 1 cm 比色皿，于分光光度计波长 420 nm 处，以空白试液（4.5.3）为参比测定其吸光度。从工作曲线上查出相应的二氧化钛量。

##### 4.5.5 工作曲线绘制

移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL 二氧化钛标准贮存溶液（4.2.8）于一系列 50 mL 容量瓶中，加入 2.5 mL 草酸溶液（4.2.6）、1 mL 抗坏血酸溶液（4.2.8），混匀，加入 6 mL 硫酸（4.2.7）和 20 mL 双安替吡啉甲烷溶液（4.2.7），混匀，用水稀释至刻度，混匀。放置 1 h 后，用 1 cm 比色皿，于分光光度计波长 420 nm 处，以试剂空白为参比测定其吸光度。以系列标准溶液中二氧化钛的质量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线，工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

#### 4.6 试验数据处理

二氧化钛含量以二氧化钛的质量分数  $w$  计,按公式(1)计算:

$$w = \frac{m_1 V_0 \times 10^{-6}}{m_0 V_1} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中:

$m_1$ ——自工作曲线上查得的二氧化钛量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V_0$ ——试液总体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$m_0$ ——试料的质量,单位为克( $\text{g}$ );

$V_1$ ——移取溶液的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ )。

计算结果保留小数点后两位有效数字,按 GB/T 8170 的规定修约。

#### 4.7 精密度

##### 4.7.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在表 2 给出的平均值的范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限( $r$ ),超过重复性限( $r$ )的情况不超过 5%,重复性限( $r$ )按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 重复性限(双安替吡啉甲烷分光光度法)

$w/\%$						
$r/\%$						

##### 4.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在表 3 给出的平均值的范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限( $R$ ),超过再现性限( $R$ )的情况不超过 5%,再现性限( $R$ )按表 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3 再现性限(双安替吡啉甲烷分光光度法)

$w/\%$						
$R/\%$						

#### 5 电感耦合等离子体原子发射光谱法(方法二)

##### 5.1 原理

试料以焦硫酸钾熔融,草硫混酸浸取后,标准系列采用近似基体匹配法,在稀酸介质中,以氩等离子体光源激发,进行光谱测定。

##### 5.2 试剂或材料

除另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

5.2.1 水,GB/T 6682,二级。

5.2.2 焦硫酸钾。

5.2.3 浸取液:称取 5 g 草酸溶于 100 mL 硫酸溶液(1+9)中。

5.2.4 二氧化钛标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 二氧化钛 [ $w(\text{TiO}_2) \geq 99.95\%$ ] 置于 250 mL 烧杯中,

加入 5 g 硫酸铵和 10 mL 硫酸 (1+1), 加热至溶解完全, 取下冷却, 用水吹洗烧杯并加水至 100 mL, 加热溶解, 取下冷却至室温, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu$ g 二氧化钛。或采用有证标准溶液。

### 5.3 仪器设备

电感耦合等离子体原子发射光谱仪, 分辨率 $<0.006$  nm (200 nm 处)。

### 5.4 样品

5.4.1 试样粒度小于 0.074 mm。

5.4.2 试样预先在 105  $^{\circ}$ C~110  $^{\circ}$ C 烘 2 h, 置于干燥器中冷却至室温。

### 5.5 试验步骤

#### 5.5.1 试料

称取样品 (5.4) 0.20 g, 精确至 0.000 1 g。

#### 5.5.2 平行试验

平行做两份试验, 取其平均值。

#### 5.5.3 空白试验

随同试料 (5.5.1) 进行空白试验。

#### 5.5.4 分析试液的制备

5.5.4.1 将试料 (5.5.1) 置于 30 mL 瓷坩埚中, 加入 6 g 焦硫酸钾 (5.2.2), 低温赶去水分, 摇动坩埚使试料散开, 将坩埚置于 750  $^{\circ}$ C~800  $^{\circ}$ C 高温炉中熔融 10 min, 取出冷却。放入预先盛有 50 mL 浸取液 (5.2.3) 的 250 mL 烧杯中, 加热使熔块溶解并用浸取液 (5.2.3) 洗净坩埚, 冷却至室温, 移入 100 mL 容量瓶中, 用浸取液 (5.2.3) 稀释至刻度, 混匀, 干过滤。

5.5.4.2 移取 10.00 mL 试液 (5.5.4.1) 于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。待测。

#### 5.5.5 系列标准溶液制备

分别移取 0 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL 二氧化钛标准贮存溶液 (5.2.4) 于 6 个 100 mL 的容量瓶中, 加入 10 mL 空白试液 (5.5.3), 以水稀释至刻度, 混匀。

#### 5.5.6 测定

将空白试液 (5.5.3)、分析试液 (5.5.4) 与相应的系列标准溶液 (5.5.5) 按仪器最佳条件于分析线 nm 处依次进行测定。以标准溶液中二氧化钛的质量浓度为横坐标, 强度值为纵坐标, 绘制工作曲线, 工作曲线的线性相关系数应不小于 0.999。

### 5.6 试验数据处理

二氧化钛含量以二氧化钛的质量分数  $w$  计, 按公式 (2) 计算

$$W = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V_2 \cdot V_0}{m \cdot V_1 \times 10^6} \times 100\% \dots \dots \dots (2)$$

式中:

$\rho_1$ —分析试液中二氧化钛的质量浓度, 单位为微克每毫升 ( $\mu$ g/mL);



$\rho_0$ ——空白试液中二氧化钛的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

$V_2$ ——被测试液体积，单位为毫升（mL）；

$V_0$ ——试液总体积，单位为毫升（mL）；

$V_1$ ——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

$m$ ——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果保留小数点后 2 位有效数字，按 GB/T 8170 的规定修约。

## 5.7 精密度

### 5.7.1 精密度原始数据及统计分析

精密度数据是在 2020 年由 7 家试验室对二氧化钛含量的 7 个不同水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的二氧化钛含量在重复性条件下独立测定 11 次。测量的原始数据见附录 B，按 GB/T 6379.2 进行统计分析。

### 5.7.2 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值的范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ $r$ ），超过重复性限（ $r$ ）的情况不超过 5%，重复性限（ $r$ ）按表 5 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4 重复性限（电感耦合等离子体原子发射光谱法）

$w/\%$							
$r/\%$							

### 5.7.3 再现性

在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值的范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ $R$ ），超过再现性限（ $R$ ）的情况不超过 5%，再现性限（ $R$ ）按表 6 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 6 再现性限（电感耦合等离子体原子发射光谱法）

$w/\%$							
$R/\%$							

## 6 试验报告

试验报告应给出以下几个方面内容：

- 试验对象；
- 使用的标准（包括发布和出版年号）；
- 使用的方法（如果标准中包括几个方法）；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

