ICS 77.120.XX0

CCS H 13

中华人民共和国工业和信息化部　发布

XXXX-XX-XX实施

XXXX-XX-XX发布

冰铜化学分析方法

第9部分：总铁和四氧化三铁量的测定

Methods for chemical analysis of copper matte—

Part 9：Determination of total iron and ferriferrous oxide contents

（预审稿）

YS/T 990.9-202X

代替YS/T 990.9-2014

中华人民共和国有色金属行业标准

YS

前 言

本文件按照GB/T1.1-2020《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。

本文件为YS/T 990 《冰铜化学分析方法》的第9个部分。YS/T 990 已经发布了以下18个部分：

——第1部分:铜量的测定碘量法；

——第2部分:金量和银量的测定原子吸收光谱法和火试金法；

——第3部分:硫量的测定 重量法和燃烧滴定法；

——第4部分:铋量的测定 原子吸收光谱法；

——第5部分:氟量的测定 离子选择电极法；

——第6部分:铅量的测定 原子吸收光谱法和Na2EDTA滴定；

——第7部分:镉量的测定 原子吸收光谱法和溴酸钾滴定法；

——第8部分:砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法和溴酸钾滴定法；

——第9部分:总铁和四氧化三铁量的测定；

——第10部分:二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和氟硅酸钾滴定法；

——第11部分:镍量的测定 原子吸收光谱法；

——第12部分:三氧化二铝量的测定 铬天青S分光光度法；

——第13部分:氧化镁量的测定 原子吸收光谱法；

——第14部分:锌量的测定 原子吸收光谱法和Na2EDTA滴定法；

——第15部分:锑量的测定 原子吸收光谱法；

——第16部分:汞量的测定 冷原子吸收光谱法；

——第17部分:钴量的测定 原子吸收光谱法；

——第18部分:铅、锌、镍、砷、铋、锑、钙、镁、镉、钴量的测定　电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件代替YS/T 990.9-2014《冰铜化学分析方法 第9部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法》，与YS/T 990.9-2014相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术内容变化如下：

a)修改标准适用范围，由“本文件适用于冰铜中铁含量的测定，测定范围为10.0%～48.0%”修改为“本文件适用于冰铜中总铁的测定，测定范围：10.0%～48.0%修改为7.00%～53.00%；适用于冰铜中四氧化三铁量的测定，测定范围：0.10%～10.0%”（见第1章，见2014版第1章）。

b)增加固体进样直接法测定四氧化三铁（见第5章）。

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)归口。

本文件起草单位：紫金矿业集团股份有限公司、阳新弘盛铜业有限公司、铜陵有色金属集团控股有限公司、紫金铜业有限公司、北方铜业股份有限公司、阳谷祥光铜业有限公司。

本文件主要起草人：

XXX、XXX、XXX。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——本文件于2014年首次发布。

——本次为第一次修订。

引 言

铜是国计民生和国防工程乃至高新技术领域中不可缺少的基础材料和战略物资，有延展性好、导热和导电性高等优点。冰铜是铜冶炼过程中的关键中间产品，直接影响铜锍吹炼后续工段。为落实“国家标准化发展纲要”，深化标准化改革创新，以着力提升标准质量效益，在广泛开展企业需求调研的基础上，对YS/T 990.9《冰铜化学分析方法 第9部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法》进行修订。在原有总铁测定基础上增加固体进样直接法测定四氧化三铁。目前YS/T 990.9由18个部分构成。

——第1部分:铜量的测定 碘量法；

——第2部分:金量和银量的测定 原子吸收光谱法和火试金法；

——第3部分:硫量的测定 重量法和燃烧滴定法；

——第4部分:铋量的测定 原子吸收光谱法；

——第5部分:氟量的测定 离子选择电极法；

——第6部分:铅量的测定 原子吸收光谱法和Na2EDTA滴定；

——第7部分:镉量的测定 原子吸收光谱法和溴酸钾滴定法；

——第8部分:砷量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法、二乙基二硫代氨基甲酸银分光光度法和溴酸钾滴定法；

——第9部分:总铁和四氧化三铁量的测定；

——第10部分:二氧化硅量的测定 硅钼蓝分光光度法和氟硅酸钾滴定法；

——第11部分:镍量的测定 原子吸收光谱法；

——第12部分:三氧化二铝量的测定 铬天青S分光光度法；

——第13部分:氧化镁量的测定 原子吸收光谱法；

——第14部分:锌量的测定 原子吸收光谱法和Na2EDTA滴定法；

——第15部分:锑量的测定 原子吸收光谱法；

——第16部分:汞量的测定 冷原子吸收光谱法；

——第17部分:钴量的测定 原子吸收光谱法；

——第18部分:铅、锌、镍、砷、铋、锑、钙、镁、镉、钴量的测定　电感耦合等离子体原子发射光谱法。

冰铜化学分析方法

第9部分：总铁和四氧化三铁量的测定

警告——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1. 范围

本文件描述了冰铜中总铁和四氧化三铁量的测定方法。

本文件适用于冰铜中总铁和四氧化三铁含量的测定，总铁测定范围为7.00%～53.00%，四氧化三铁测定范围为0.10%～10.0%。

本文件不适用于含单质铁、单质钴、单质镍等磁性物质的样品。

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 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 总铁量的测定 重铬酸钾滴定法

此部分由北方铜业股份有限公司补充。

5四氧化三铁含量的测定 固体进样直接法

5.1 原理

将试料置于磁性物分析仪样品槽中，通过测量饱和磁场中样品的总磁力矩，读取测定的数值，通过计算得出样品中四氧化三铁的含量。

5.2 仪器设备

5.2.1 磁性物分析仪工作条件：远离磁场、电场及发生高频波的电器设备，其参考工作条件见附录B。

5.2.2 磁性物分析仪磁力测量范围：重量的0～100%，含量较高时为重量的0～200%。

5.2.3 样品盒：塑料材质，体积1.2 cm3。

5.3 样品

5.3.1 样品粒度不大于0.096 mm。

5.3.2 样品应在105 ± 5 ℃烘干2 h，并置于干燥器中冷却至室温备用。

5.4 试验步骤

5.4.1 试料准备

取样品（5.3）置于样品盒（5.2.3）中，试料量占样品盒体积比例大于2/3。

5.4.2 平行试验

平行进行两次试验，取其平均值。

5.4.3 测定

5.4.3.1样品测定前应保持磁性物分析仪重力旋钮和磁力旋钮处于“0”点位置，磁力摇把卡在最底部的位置。将空的塑料样品容器（5.2.3）作为空白试样调节机械平衡，调节旋钮，当观察窗上黑色矩形水平部分与倒三角部分相切，即为机械平衡。

5.4.3.2 将装有试料的塑料样品容器（见5.4.1）置于样品槽内中，调到最低测量档，调节重力旋钮，当观察窗上黑色矩形水平部分与倒三角形的尖相切，把磁力摇把往上摇，加磁，调节磁力旋钮至黑色矩形水平部分与倒三角形的尖相切，读取旋钮上四氧化三铁含量读数。

5.4.3.3 若试料中四氧化三铁含量超出测量档，调至高测量档按5.4.3.2步骤测定试料中四氧化三铁含量。

5.5 分析结果的计算

四氧化三铁含量以质量分数$ω\_{\left(Fe\_{3}O\_{4}\right)}$计，数值以%表示，按式（1）计算：

$ω\_{\left(Fe\_{3}O\_{4}\right)}\%=读数×K $¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨¨（1）

式中：

$ω\_{\left(Fe\_{3}O\_{4}\right)}$——四氧化三铁的含量，单位为百分含量（%）；

读数——磁力旋钮的读数，单位为百分含量（%）；

K——测量档位对应的系数值；

计算结果保留小数点后两位数字。

5.6 精密度

5.6.1 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X给出的平均值范围内，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*）按以下表X数据采用线性内插法求得。四氧化三铁含量测定的精密度数据见附录C。

表1 重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| $$ω\_{\left(Fe\_{3}O\_{4}\right)}\%$$ | 0.21 | 1.10 | 2.97 | 5.82 | 9.51 |
| *r*/% | 0.04 | 0.05 | 0.08 | 0.17 | 0.24 |

5.6.2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，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不大于再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5％，再现性限(R)按表2数据采用线性内插法求得：

表2 再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| $$ω\_{\left(Fe\_{3}O\_{4}\right)}\%$$ | 0.21 | 1.10 | 2.97 | 5.82 | 9.51 |
| *R*/% | 0.08 | 0.21 | 0.25 | 0.33 | 0.54 |

6 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

—— 试样对象；

—— 本文件编号；

—— 使用的方法；

—— 分析结果及其表示；

—— 与基本分析步骤的差异；

—— 测定中观察的异常现象；

—— 试验日期。

附录B

（资料性）

仪器工作条件

使用饱和磁性分析仪测定冰铜中四氧化三铁含量的参考工作条件见表A.1。

表A.1 饱和磁性分析仪工作条件

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 线路电压（单相）V | 线路频率Hz | 功率W | 环境温度℃ | 环境湿度% |
| 210～240或110～130 | 50～60 | 10 | 10～40 | <95 |