

铁矿精矿化学分析方法
第 2 部分：铁含量的测定
重铬酸钾滴定法

编
制
说
明

（讨论稿）

新疆湘润新材料科技有限公司

2026 年 7 月

钛铁矿精矿化学分析方法

第 2 部分：铁含量的测定

重铬酸钾滴定法

编制说明

一、工作简况

（一）任务来源

根据 2026 年 4 月 13 日《工业和信息化部办公厅关于印发 202X 年第一批行业标准制修订计划的通知》（工信厅科【2026】105 号）的要求，行业标准《钛铁矿精矿化学分析方法 第 2 部分：铁含量的测定 重铬酸钾滴定法》修订项目由全国有色金属标准化技术委员会归口，计划编号：2026-0023T-YS，项目周期为 12 个月，完成年限为 2027 年 3 月 16。

（二）项目背景

钛铁矿精矿是提炼钛的主要矿石，其化学性质稳定，钛及钛合金因其密度小、强度高、抗腐蚀、耐高温和可塑性好等优良性能，和钢相比，它的密度只相当于钢的 57%，而强度和硬度与钢相近。和铝相比，铝的密度虽较钛小，但机械强度却很差。韧性超过纯铁 2 倍。因此，钛及钛合金被广泛应用于多个领域。例如，在航空用于制造飞机的骨架、蒙皮、机身隔框、起落架、飞机发动机的压气机叶片、盘等；军工用于制造火箭、导弹的结构件，以及人造卫星的外壳和部件；在化工用于制造化工设备中的容器、反应器、热交换器、管道和阀门等；在医疗用于制造人工关节、牙科种植体等医疗器械；在运动生活用于制造高尔夫球杆、自行车架、眼镜架、手表、电脑、厨具等；在核电用于制造冷凝器等设备；此外，钛铁矿还是生产钛白粉的主要原料，钛白粉作为一种重要的化工原料，可用于制造高级白色油漆、涂料、人造丝的减光剂、白色橡胶和高级纸张的填料等。

在中国制造和一带一路的战略部署下，随着时代的进步与科技的发展，人们对钛及钛合金相关的产品需求的日益增长以及钛产品品质等方面要求的提高，通过对生产企业和检测机构的了解，随着钛产量的增加，需要的钛铁矿精矿越来越多，钛铁矿精矿来源越来越复杂，钛铁矿精矿是生产海绵钛、钛白粉的原料，钛铁矿精矿的品质将直接影响到钛产品的产品品质，如何制定出自动化程度高和批量检测钛铁矿精矿化学分析方法标准是当前我们努力的方向。

YS/T 360.2-2011《钛铁矿精矿化学分析方法 第 2 部分：全铁量的测定 重铬酸钾滴定法》标准中使用的化学试剂二氯化汞有剧毒，严重影响环境，将标准 YS/T 360.2-2011《钛铁矿精矿化学分析方法 第 2 部分：全铁量的测定 重铬酸钾滴定法》进行修定，本次修定考虑到钛铁矿中有氧化亚铁的存在，增加了氧化亚铁含量的测定，将 YS/T 360.2-2011 和 YS/T 360.3-2011 合并成 YS/T 360.2-20XX，通过本次修订，

并能够适应当前国家标准方法的优化工作需要，既符合产业发展需求，又符合国家政策需求方向，同时拓宽方法测定范围，使得方法的操作过程更加简单快捷、提高了检测效率、降低检测成本，可以很好的满足当前钛铁矿精矿中全铁和氧化亚铁含量的检测需求，满足钛铁矿精矿产业高质量发展的需要，推动中国新能源、新材料等产业的快速发展，保障资源可持续发展。

（三）主要参加单位和工作组成员及其所做的工作

1.主要参加单位情况

新疆湘润新材料科技有限公司成立于2016年7月8日，注册资金3.26亿元，2020年12月认定为国家高新技术企业，是全国唯一一家拥有全钛产业链的大型民营企业，主要产品包括海绵钛、钛及钛合金铸锭、带材、板材、锻材、棒材、复合材等，是国内首家“钛矿-海绵钛-钛加工材-钛制品”的钛全产业链公司。公司将建成年产5万吨钛材加工基地，目前一期已实现3.6万吨海绵钛，2万吨钛加工材，2万吨钛复合带材的生产能力。

新疆湘润新材料科技有限公司取得自治区高新技术企业授权、自治区工信厅企业技术中心授牌、自治区科技厅建设自治区工程技术研究中心（新疆钛基新材料工程技术中心）、自治区发改委筹建自治区工程研究中心（新疆维吾尔自治区钛基新材料工程研究中心）、自治区科技厅关于组建自治区重点实验室（新疆钛基新材料重点实验室（XJQY2009））、自治区工信厅钛基创新产业研究院。具有坚实的研发平台与雄厚的科研实力。

新疆湘润新材料科技有限公司主要负责试验方案制定，试验样品收集和分发，分析方法研究，试验结果处理，标准文本、实验报告和编制说明撰写等工作，并负责在标准讨论会、预审会、审定会上进行项目介绍与答辩，最终形成报批稿，协助有色标准化技术委员会秘书处完成标准的报批工作；遵义钛业股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司为一验单位，主要责任对试验方案的条件实验等进行验证，提供精密度和准确度测试数据，以及对方法提出意见；攀钢集团研究院有限公司、洛阳双瑞万基钛业有限公司、洛阳船舶材料研究所、西安中钛华测检测技术有限公司为二验单位，主要负责提供精密度实验数据，并对标准文本提出修改意见和建议。

2.主要工作成员所负责的工作情况

本标准主要起草人及工作职责见表1。

表1 本标准主要起草人及工作职责

序号	单位	起草人	工作职责
1	新疆湘润新材料科技有限公司		负责试验方案的制定和实施、样品收集和分发，方法验证的开展、试验进度的组织协调以及标准条款和编制说明的撰写工作。
2	遵义钛业股份有限公司		方法验证、对标准文本和编制说明提出修改意见和建议。
3	昆明冶金研究院有限公司		方法验证、对标准文本和编制说明提出修改意见和建议。
4	攀钢集团研究院有限公司		提供精密度测试数据，并对标准文本提出修改意见和建议
5	洛阳双瑞万基钛业有限公司		提供精密度测试数据，并对标准文本提出修改意见和建议

6	洛阳船舶材料研究所		提供精密度测试数据,并对标准文本提出修改意见和建议
7	西安中钛华测检测技术有限公司		提供精密度测试数据,并对标准文本提出修改意见和建议

(四) 主要工作过程

1. 预研阶段

2025 年 1 月,新疆湘润新材料科技有限公司调研了钛铁矿精矿的检测需求,在大量的生产实践和实验基础上,提出了二氯化汞是剧毒试剂,其使用和排放会对环境和人体健康造成严重危害。使用钨酸钠和三氯化钛代替二氯化汞的方法具有环保安全、操作简便、成本低廉、指示明确、适应性强等显著优点,操作形成了《铁矿精矿化学分析方法 第 2 部分:铁含量的测定 重铬酸钾滴定法》标准草案等材料。

2. 立项阶段

2025 年 4 月在昆明召开的标准工作会,新疆湘润新材料科技有限公司向全国有色金属标准化技术委员会稀有金属分标委全体委员会议提交了《铁矿精矿化学分析方法 第 2 部分:铁含量的测定 重铬酸钾滴定法》标准修订项目建议书、标准草案等材料,经过全体委员的讨论同意立项,由秘书处组织全体委员现场投票,投票通过后转报给工业和信息化部科技司,并挂网向社会公开征求意见。

2026 年 4 月 13 日,中国有色金属工业协会发布了《工业和信息化部办公厅关于印发 2026 年第一批行业标准制修订计划的通知》(工信厅科【2026】105 号),正式下达该标准的修订任务,行业标准名称为《铁矿精矿化学分析方法 第 2 部分:铁含量的测定 重铬酸钾滴定法》,计划编号为 2026-0023T-YS,项目周期为 12 个月,完成年限为 2027 年 3 月,技术归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

3. 起草阶段

(1) 2025 年 5 月,成立了标准编制工作组,确定了各成员的工作职能和任务,制定了工作计划和进度安排。

(2) 2025 年 11~12 月,主编单位委托遵义钛业股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司、攀钢集团研究院有限公司根据市场上钛铁矿精矿产品的生产和应用情况,开展试验样品的成分设计、选材和制备,充分考虑到试验样品的代表性,制备了 7 个样品为本标准统一的试验样品。

(3) 2026 年 1 月~5 月编制组开展大量系统性试验研究工作,形成了方法的研究报告及标准文本和编制说明的讨论稿。

4. 征求意见阶段

编制组通过发函,全国有色标准化技术委员会将《铁矿精矿化学分析方法 第 2 部分:铁含量的测定 重铬酸钾滴定法》征求意见资料,在中国有色金属质量网(www.cnsmq.com)上挂网,向社会公开征求意见。征求意见的单位包括主要生产、经销、使用、第三方检验机构等单位,征求意见单位广泛且具有代表性。

5. 审查阶段

6. 报批阶段

二、标准编制原则

(一) 符合性

标准格式严格按照 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》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》等文件的要求编写，并按照 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准测试方法重复性与再现性的基本方法》的要求进行试验数据的统计及重复性限和再现性限的计算。

（二）适用性和先进性

本文件合并了全铁量的测定和氧化亚铁量的测定方法，将二氧化汞更改为钨酸钠和三氯化钛对钛铁矿精矿中铁含量进行测定，国内实验室普遍具备此设备能力；经过调研，充分考虑钛铁矿精矿产品当前和预期检测的需要，检测范围涵盖了当前钛铁矿精矿产品中需检测的对应范围。

标准制定过程中参阅了大量文献资料，充分借鉴了国内外相关标准中的先进思路和方法，简化样品处理的实验步骤，有效地克服基体效应对测量带来的影响，缩短了分析时间，节约分析成本，减少化学试剂和水的用量，节约了化学试剂和水，从而减少污染物的排放，满足钛及钛合金相关产品不断发展水平和实际生产和使用的需求，提高检测标准的适用性，本方法涉及的内容及技术水平不低于当前国际先进水平。

三、标准主要内容的确定依据及修订前后技术内容的对比

本文件是在充分调研国内钛铁矿精矿生产、研发、应用和检测的实际技术水平后完成的。

本文件代替 YS/T 360.2-2011《钛铁矿精矿化学分析方法 第2部分：全铁量的测定重铬酸钾滴定法》和 YS/T 360.3-2011《钛铁矿精矿化学分析方法 第3部分：氧化亚铁量的测定重铬酸钾滴定法》，

与 YS/T 360.2-2011 和 YS/T 360.3-2011 相比，除结构调整和编辑性修改外，主要技术变化如下：

- a) 合并了全铁量的测定和氧化亚铁量的测定（见第2部分，2011版第2部分和第3部分）；
- b) 更改了测定范围（见第1章，2011版第2部分的第1章和第3部分的第1章）；
- c) 更改二氧化汞为钨酸钠和三氯化钛（见4.2.10和4.2.11，2011版第2部分的3.7）；
- d) 更改了重铬酸钾标准滴定溶液浓度（见4.2.14和5.2.10，2011版第2部分的3.8和第3部分的3.7）；
- e) 更改了熔剂和熔融时间（见4.4.4.1，2011版第2部分的5.4.1）；
- f) 更改了计算公式1（见第4.5章公式2，2011版第2部分的第9章公式1）
- d) 更改“允许差”为“再现性”（见4.6和5.6，2011年版第2部分的7.2和第3部分的7.2）

方法一：全铁含量的测定

样品用过氧化钠熔融，酸浸，在热稀盐酸溶液中用氯化亚锡还原大部分铁，以钨酸钠为指示剂，少量铁用三氯化钛还原，用重铬酸钾溶液氧化过剩的还原剂，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准溶液滴定铁。

1. 过氧化钠用量的选择

本试验在钛铁矿标样 GBW07840（Fe=51.36%）中，依次加入过氧化钠 1g、2g、3g、4g、5g，测得结果见表1

表1 过氧化钠用量

过氧化钠量 g	1	2	3	4	5
分析结果%	49.98	50.89	51.30	51.32	51.29

由表 1 可见：过氧化钠用量在 6g~20g 结果稳定, 本法选用 3g~4 g。

2. 熔融温度、时间的选择

本试验选取钛铁精矿标样 GBW07840 (Fe=51.36%), 分别在 650℃、700℃、750℃、800℃、850℃ 熔融样品, 测得结果见表 2

将铁精矿标样 GBW07840 (Fe=51.36%) 在 750±20℃ 分别熔融 2、4、6、8、10min, 测得结果见表 3

表 2 熔融温度

温度	650℃	700℃	750℃	800℃	850℃
熔块情况	未完全熔融,有残渣	熔融完全,无残渣	熔融完全,无残渣	烧结现象	烧结现象
分析结果%	49.23%	51.36%	51.30%	51.36%	51.16%

由表 2 可见：温度在 700℃-800℃ 之间熔融完全, 无残渣, 且结果稳定。本法选用 750±20℃。

表 3 熔融时间

熔融时间	2 min	4 min	6 min	8 min	10 min
熔块情况	未完全熔融,有残渣	熔融完全,无残渣	熔融完全,无残渣	熔融完全,无残渣	熔融完全,无残渣
分析结果%	50.11%	51.32%	51.30%	51.28%	51.31%

由表 3 可见：熔融时间在 4min 以上熔融完全, 且结果稳定。本法选用 6min~8 min。

3. 盐酸用量的选择

本试验在钛铁精矿标样 GBW07840 (Fe=51.36%) 中, 依次加入盐酸 25mL、30mL、35mL、40mL、45 mL, 测得结果见表 4

表 4 盐酸用量

盐酸量	25mL	30mL	35mL	40mL	45 mL
熔样酸浸后情况	未完全溶解,有残渣,溶液浑浊	完全溶解,溶液透明	完全溶解,溶液透明	完全溶解,溶液透明	完全溶解,溶液透明
分析结果%	50.02%	51.20%	51.31%	51.30%	51.40%

由表 4 可见：加入盐酸量 30ml 后试料已经溶解完全, 且结果稳定。本法选用 35mL。

4. 氯化亚锡用量的选择

本试验在钛铁精矿标样 GBW07840 (Fe=51.36%) 中, 滴加氯化亚锡溶液还原至溶液为浅黄色、淡黄色、黄色, 测得结果见表 5

表 5 氯化亚锡用量

加入氯化亚锡溶液颜色变化	浅黄色	淡黄色	黄色
分析结果%	50.91%	51.32%	51.86%

由表 7 可见：用加入氯化亚锡溶还原至溶液刚呈淡黄色时结果稳定。本法选用淡黄色。

5. 钨酸钠用量的选择

本试验在钛铁精矿标样 GBW07840 (Fe=51.36%) 中, 分别滴加钨酸钠 2d、5d、10d、15d、20d, 测得结果见表 6

表 6 钨酸钠用量

钨酸钠量	2d	5d	10d	15d	20d
分析结果%	50.69%	51.29%	51.36%	51.28%	51.14%

由表 5 可见: 指示剂钨酸钠的用量在 5d~15d 之间结果稳定。本法选用 6d~10d。

6. 三氯化钛用量的选择

本试验在钛铁精矿标样 GBW07840 (Fe=51.36%) 中, 滴加三氯化钛溶液还原至溶液为浅蓝、蓝色、深蓝, 测得结果见表 7

表 7 三氯化钛用量

加入三氯化钛还原溶液颜色变化	浅蓝	蓝色	深蓝
分析结果%	50.89%	51.29%	51.86%

由表 6 可见: 用三氯化钛还原至溶液刚呈蓝色时结果稳定。本法选用 5d~10d。

7. 酸度的影响

本试验在钛铁精矿标样 GBW07840 (Fe=51.36%) 中, 加入不同硫酸一磷酸混酸溶液用量, 考察对测定过程和结果的影响, 结果见表 8。

表 8 酸度

硫酸一磷酸	5mL	10mL	15mL	20mL	25mL
分析结果%	50.61	51.18	51.25	51.30	51.27
说明	终点不很明显	终点颜色最好	终点颜色最好	终点颜色最好	终点颜色最好

由表 8 可见, 硫酸磷酸混合溶液用量在 10 mL~20 mL 范围内, 结果稳定。本法选用硫酸磷酸混合溶液 15 mL。

8. 二苯胺磺酸钠溶液用量的选择

本试验在钛铁精矿标样 GBW07840 (Fe=51.36%) 中, 加入不同量的二苯胺磺酸钠溶液, 考察对测定结果的影响, 结果见表 9。

表 9 二苯胺磺酸钠溶液用量

二苯胺磺酸钠溶液用量(滴)	1d	3d	5d	7d
分析结果%	51.13	51.33	51.29	50.88
说明	终点颜色尚可	终点颜色最好	终点颜色最好	终点颜色偏深

由表 9 可见, 二苯胺磺酸钠溶液在 3 滴~5 滴内终点颜色易观察, 结果准确。本法选用 3 滴~5 滴。

9 滴定时的温度的影响

本试验采用钛铁精矿标样 GBW07840 (Fe=51.36%), 在不同的温度下滴定, 考察对测定结果和还原反应的影响, 结果见表 10。

表 10 滴定时的温度

滴定时的温度(℃)	5	15	25	35	45	55
分析结果%	51.31	51.29	51.29	51.30	51.01	51.06

由表 6 可见，滴定时的温度在 5℃～35℃结果无变化。本法选用常温。

10. 共存离子的影响

本试验在钛铁精矿标样 GBW07840 (Fe=51.36%) 中，加入不同量干扰元素钒、铬、钼、钨、铜、锡，考察对测定结果和还原反应的影响，结果见表 11。

表 11 共存离子

干扰离子		分析结果%
名称	加入量 (mg)	
V ⁵⁺	3	51.29
Cr ⁶⁺	3	51.30
Mo ⁶⁺	2	51.29
W ⁶⁺	2	51.30
Sn ⁴⁺	1	51.32
Cu ²⁺	1	51.30

由表 7 可见，小于 3mg 的 V⁵⁺、Cr⁶⁺，小于 2mg 的 Mo⁶⁺、W⁶⁺、小于 1mg Sn⁴⁺ Cu²⁺不干扰测定。

11. 方法对比试验见表 12

表 12 方法对比

试料编号	钨酸钠和三氯化钛容量法			二氯化汞容量法		
	单次测定 (%)	平均值 (%)	标准偏差 (%)	单次测定 (%)	平均值 (%)	标准偏差 (%)
GBW07840 Fe=51.36%	51.29 51.30 51.30 51.32 51.33 51.36 51.31 51.30 51.31 51.29 51.32	51.31	0.019	51.30 51.29 51.32 51.29 51.33 51.31 51.33 51.28 51.30 51.30 51.28	51.30	0.017

本标准的分析结果与原标准分析结果吻合，但本标准操作简单，容易掌握的优点。

(三) 精密度试验

在确定的试验条件下，对钛铁矿精矿中的铁进行了精密度试验。此次共涉及钛铁矿精矿样品 7 个，新疆湘润新材料科技有限公司检测中心(A)为起草单位，遵义钛业股份有限公司(B)和昆明冶金研究院有限公司(C)为第一验证单位，攀钢集团研究院有限公司(D)、洛阳双瑞万基钛业有限公司(E)、洛阳船舶材料研究所(F)和西安中钛华测检测技术有限公司(G)为第二验证单位，具体试验结果见表 13。

表 13 精密度试验

样品 编号	元 素	单 位	质量分数 w/%							平均值 w/%	SD/%	RSD/%
			1	2	3	4	5	6	7			
料 选	Fe	A	10.155	9.930	10.018	10.087	9.900	10.107	9.886	10.012	0.108	1.08

		B	9.985	9.735	9.859	10.099	10.117	9.829	9.929	9.936	0.13	1.32
		C	9.863	10.015	10.066	10.158	9.705	9.873	9.927	9.944	0.15	1.51
		D	10.188	10.219	10.125	10.178	10.172	10.225	10.179	10.184	0.03	0.33
		E	10.174	10.507	10.167	10.493	10.167	10.525	10.160	10.313	0.18	1.77
		F	9.992	10.281	10.176	10.157	10.213	10.034	10.256	10.158	0.11	1.07
		G										
		H										
精选料一	Fe	A	12.912	13.118	13.039	13.087	12.951	13.138	13.115	13.051	0.088	0.68
		B	13.212	13.106	12.865	12.971	12.951	12.994	13.172	13.039	0.12	0.90
		C	13.102	12.989	13.177	13.278	13.121	13.007	12.899	13.242	0.13	0.96
		D	13.281	13.250	13.188	13.267	13.219	13.236	13.251	13.242	0.03	0.23
		E	13.216	13.334	13.372	13.207	13.350	13.215	13.306	13.286	0.07	0.54
		F	13.343	13.158	13.196	13.316	13.256	13.338	13.316	13.275	0.07	0.55
		G										
		H										
钛中矿一	Fe	A	31.085	30.921	31.096	30.972	30.891	31.144	31.029	31.020	0.095	0.31
		B	30.979	31.230	30.915	30.881	30.895	30.910	30.833	30.949	0.12	0.39
		C	31.558	31.584	31.496	31.246	31.332	31.526	31.311	31.436	0.14	0.43
		D	31.438	31.375	31.312	31.408	31.346	31.385	31.440	31.386	0.05	0.15
		E	31.365	31.511	31.379	31.559	31.379	31.595	31.358	31.449	0.10	0.32
		F	31.323	31.206	31.355	31.367	31.199	31.187	31.372	31.287	0.09	0.27
		G										
		H										
TJK42	Fe	A	36.388	36.413	36.416	36.409	36.342	36.427	36.454	36.407	0.035	0.10
		B	36.137	36.021	36.003	35.998	36.131	36.234	36.393	36.131	0.13	0.37
		C	36.395	36.585	36.584	36.855	36.457	36.649	36.527	36.579	0.15	0.41
		D	36.975	35.938	36.875	36.459	36.403	36.850	36.596	36.585	0.36	0.98
		E	36.582	36.002	36.135	36.363	36.258	36.239	36.621	36.314	0.226	0.62
		F	36.327	36.265	36.398	36.377	36.363	36.401	36.479	36.373	0.07	0.18
		G										
		H										
Fe 45	Fe	A	45.290	45.313	45.145	45.185	45.273	45.148	45.401	45.251	0.095	0.21
		B	44.998	45.073	44.957	45.272	44.875	44.933	44.927	45.005	0.12	0.27
		C	45.523	45.292	45.287	45.066	45.524	45.189	45.198	45.297	0.17	0.38
		D	45.375	45.250	45.250	45.316	45.154	45.314	45.295	45.279	0.07	0.15
		E	45.203	45.140	45.177	45.188	45.198	45.124	45.248	45.183	0.04	0.09
		F	45.137	45.265	45.297	45.409	45.324	45.193	45.365	45.284	0.10	0.21
		G										
		H										
Fe 55	Fe	A	54.612	54.619	54.681	54.709	54.726	54.653	54.580	54.654	0.054	0.10
		B	54.110	54.026	54.124	54.400	54.525	54.514	54.623	54.332	0.22	0.41
		C	54.396	54.750	54.995	54.951	54.392	54.756	54.579	54.688	0.24	0.45
		D	54.975	54.875	54.938	54.925	54.902	54.850	54.932	54.914	0.04	0.08
		E	55.920	55.212	54.116	53.842	55.148	54.009	55.092	54.763	0.78	1.42
		F	54.901	54.778	54.819	54.692	54.723	54.634	54.719	54.752	0.09	0.16

		G										
		H										
Fe 60	Fe	A	60.529	60.622	60.501	60.600	60.640	60.767	60.634	60.613	0.086	0.14
		B	60.196	60.215	60.234	60.424	60.561	60.622	60.136	60.341	0.18	0.30
		C	60.226	60.247	60.484	60.266	60.579	60.626	60.574	60.429	0.18	0.29
		D	61.000	60.875	60.875	60.938	60.875	60.946	61.015	60.932	0.06	0.10
		E	60.561	60.618	60.738	60.432	60.354	60.887	60.541	60.590	0.180	0.30
		F	60.397	60.382	60.564	60.692	60.431	60.313	60.489	60.467	0.13	0.21
		G										
		H										

1. 重复性限和再现性限计算

在完成相关条件试验并汇总数据后，按照 GB/T 6379. 2-2004 《测量方法与结果的准确度（正确度与精密密度）第 2 部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》，对 X 家参编单位的试验验证数据进行统计计算，并结合线性内插或外延法，得出各统一样的重复性限和再现性限。

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 X 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 14 重复性限

测定元素	质量分数 <i>w</i> /%	重复性限（ <i>r</i> ）/%
Fe		

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 X 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 15 再现性限

测定元素	质量分数/%	再现性限（ <i>R</i> ）/%
Fe		

方法二 氧化亚铁含量的测定

样品用盐酸、氟化钠在隔绝空气的条件下溶解，并于磷酸-硫酸混酸存在条件下，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准溶液滴定至稳定的紫红色为终点。

1. 碳酸氢钠、氟化钠、盐酸用量的选择

本试验在钛铁精矿标样 GBW07840 (FeO=29.65%) 中，分别加入碳酸氢钠用量、氟化钠用量和盐酸用量，考察对测定过程和结果的影响，结果见表 1、表 2、表 3：

表 1 碳酸氢钠用量

碳酸氢钠量 (g)	0.5	1.0	1.5	2.0
分析结果%	29.58	29.62	29.62	29.66

由表 1 可见：碳酸氢钠用量在 0.5g~2.0g 结果稳定，说明亚铁没有被氧化，多加要多消耗盐酸。本法选用 1.0g。

表 2 氟化钠用量

氟化钠量 (g)	0.2	0.5	1.0	1.5
熔样酸浸后情况	少量残渣	无残渣	无残渣，玻璃略有腐蚀	无残渣，玻璃腐蚀明显
分析结果%	29.52	29.64	29.60	29.59

由表 2 可见：加入氟化钠 0.5g 后试料已经溶解完全，且结果稳定，但多加对玻璃器皿有腐蚀。本法选用 0.5g。

表 3 盐酸用量

盐酸量 (ml)	20	30	40	50	60
熔样酸浸后情况	略有残渣多	无残渣	无残渣	无残渣	无残渣
分析结果%	29.26	29.65	29.60	29.63	29.68

由表 3 可见：加入盐酸量 30ml 后试料已经溶解完全，且结果稳定。本法选用 40ml。

2. 酸度的影响

本试验在钛铁精矿标样 GBW07840 (FeO=29.65%) 中，加入不同硫酸-磷酸混合溶液用量，考察对测定过程和结果的影响，结果见表 4。

表 4 硫酸-磷酸混合溶液用量

硫酸-磷酸	10mL	12mL	15mL	18mL	20mL
分析结果, %	29.11	29.68	29.60	29.67	29.60
说 明	终点不很明显	终点颜色最好	终点颜色最好	终点颜色最好	终点颜色最好

由表 4 可见, 硫酸-磷酸混合溶液用量在 12 ml~20 ml 范围内, 结果稳定。本法选用硫酸磷酸混合溶液 15ml。

3. 二苯胺磺酸钠溶液用量

按实验方法操作, 加入不同量的二苯胺磺酸钠溶液, 考察对测定结果的影响, 结果见表 5。

表 5 二苯胺磺酸钠用量

二苯胺磺酸钠溶液用量, d	1	3	5
分析结果, %	27.13	26.96	26.88
说明	终点颜色尚可	终点颜色最好	终点颜色偏深

由表 5 可见, 二苯胺磺酸钠溶液在 3 滴~5 滴内终点颜色易观察, 结果准确。本法选用 3 滴~5 滴。

4. 滴定时的温度

本试验采用钛铁精矿标样 GBW07840 ($\text{FeO}=29.65\%$), 在不同的温度下滴定, 考察对测定结果和还原反应的影响, 结果见表 6。

表 6 滴定温度

滴定时的温度, $^{\circ}\text{C}$	5	15	25	35	45	55
分析结果, %	29.69	29.68	29.60	29.61	29.61	29.64

由表 6 可见, 滴定时的温度在 $5^{\circ}\text{C}\sim 35^{\circ}\text{C}$ 结果无变化。本法选用常温。

5. 共存离子的影响

本试验在钛铁精矿标样 GBW07840 ($\text{FeO}=29.65\%$) 中, 加入不同量干扰元素钒、铬、钼、钨、铜、锡, 考察对测定结果和还原反应的影响, 结果见表 7。

表 7 共存离子

干扰离子		分析结果%
名称	加入量 (mg)	
V^{5+}	3	29.60
Cr^{6+}	3	29.68
Mo^{6+}	2	29.69
W^{6+}	2	29.69
Sn^{4+}	1	29.66

Cu^{2+}	1	29.61
------------------	---	-------

由表 7 可见, 小于 3mg 的 V^{5+} 、 Cr^{6+} , 小于 2mg 的 Mo^{6+} 、 W^{6+} 、小于 1mg Sn^{4+} Cu^{2+} 不干扰测定。

6. 方法对比试验见表 8

表 8 方法对比

试料编号	重铬酸钾容量法			硫酸亚铁铵容量法		
	单次测定 (%)	平均值 (%)	标准偏差 (%)	单次测定 (%)	平均值 (%)	标准偏差 (%)
GBW07840 $\text{FeO}=29.65\%$	29.61 29.69 29.67 29.63	29.63	0.049	29.62 29.78 29.61 29.66	29.64	0.051
	29.63 29.64 29.52 29.65			29.62 29.67 29.62 29.60		
	29.69 29.59 29.60			29.60 29.62 29.59		

本标准的分析结果与原标准分析结果吻合, 但本标准操作简单, 容易掌握的优点。

7. 精密度试验

在确定的试验条件下, 对钛铁矿精矿中的氧化亚铁进行了精密度试验。此次共涉及钛铁矿精矿样品 7 个, 新疆湘润新材料科技有限公司检测中心(A)为起草单位, 遵义钛业股份有限公司(B)和昆明冶金研究院有限公司(C)为第一验证单位, 攀钢集团研究院有限公司(D)、洛阳双瑞万基钛业有限公司(E)、洛阳船舶材料研究所(F)、西安中钛华测检测技术有限公司(G)和(H)为第二验证单位, 具体试验结果见表 9。

表 9 精密度试验

样品 编号	元 素	单 位	质量分数 w/%							平均值 w/%	SD/%	RSD/%
			1	2	3	4	5	6	7			
精 选 料 一	FeO	A	8.348	8.430	8.489	8.304	8.397	8.366	8.259	8.370	0.08	0.92
		B	8.322	8.392	8.448	8.469	8.482	8.468	8.545	8.447	0.07	0.78
		C	8.363	8.470	8.501	8.427	8.329	8.442	8.393	8.418	0.06	0.72
		D	8.299	8.288	8.191	8.294	8.150	8.245	8.262	8.247	0.06	0.69
		E	8.364	8.638	8.359	8.627	8.358	8.653	8.353	8.479	0.15	1.77
		F	8.496	8.465	8.524	8.476	8.552	8.413	8.379	8.472	0.06	0.71
		G										
		H										
		G										
精 选 料 一	FeO	A	12.019	11.995	11.895	11.791	11.799	11.939	11.750	11.884	0.11	0.89
		B	11.615	11.919	11.763	11.826	11.683	11.775	11.910	11.784	0.10	0.88
		C	11.576	11.766	11.623	11.599	11.603	11.778	11.629	11.653	0.08	0.71
		D	11.909	11.747	11.747	11.712	11.737	11.803	11.831	11.784	0.07	0.58
		E	11.867	11.997	11.894	11.667	11.986	11.887	11.889	11.884	0.11	0.91
		F	12.115	11.878	12.126	11.968	12.001	11.873	11.946	11.987	0.10	0.85
		G										
		H										
矿 二 钛 中	FeO	A	28.419	28.320	28.594	28.401	28.391	28.394	28.830	28.478	0.18	0.62
		B	28.495	28.500	28.666	28.550	28.698	28.851	28.760	28.646	0.13	0.44

		C	28.391	28.211	28.192	28.497	28.519	28.452	28.492	28.393	0.14	0.48
		D	29.006	28.902	29.016	28.888	28.917	28.830	28.973	28.933	0.07	0.23
		E	28.477	28.609	28.490	28.653	28.489	28.686	28.470	28.554	0.09	0.32
		F	28.645	28.492	28.462	28.543	28.648	28.523	28.656	28.567	0.08	0.28
		G										
		H										
TJK42	FeO	A	34.765	34.685	34.678	34.841	34.915	34.625	34.839	34.764	0.11	0.30
		B	34.859	34.832	34.721	34.955	34.868	34.940	35.004	34.883	0.09	0.25
		C	34.476	34.693	34.579	34.899	34.996	34.627	34.591	34.694	0.19	0.54
		D	34.596	34.866	34.650	34.586	34.751	34.926	34.735	34.730	0.13	0.38
		E	34.987	34.865	34.517	34.221	34.325	34.838	34.658	34.630	0.289	0.83%
		F	34.875	34.776	34.711	34.688	34.832	34.708	34.922	34.787	0.09	0.26
		G										
		H										
Fe 45	FeO		53.458	53.565	53.571	53.439	53.425	53.400	53.547	53.486	0.07	0.14
			53.760	53.454	53.619	53.817	53.745	53.569	53.647	53.659	0.12	0.22
			53.757	53.521	53.693	53.396	53.702	53.623	53.389	53.583	0.15	0.28
			53.672	53.726	53.457	53.675	53.590	53.405	53.624	53.593	0.12	0.22
			53.191	53.118	53.161	53.170	53.185	53.099	53.245	53.167	0.05	0.09
			53.358	53.562	53.397	53.363	53.396	53.479	53.305	53.409	0.09	0.16
Fe 60	FeO	A	28.533	28.107	28.218	28.384	28.446	28.207	28.263	28.308	0.15	0.53
		B	28.539	28.670	28.472	28.466	28.369	28.423	28.651	28.513	0.10	0.37
		C	28.126	28.322	28.451	28.571	28.476	28.229	28.459	28.376	0.16	0.55
		D	28.506	28.237	28.399	28.376	28.208	28.526	28.385	28.377	0.12	0.43
		E	28.533	28.983	28.627	28.973	28.580	29.033	28.527	28.751	0.23	0.81
		F	28.497	28.537	28.432	28.689	28.518	28.445	28.345	28.495	0.11	0.38
		G										
		H										

1. 重复性限和再现性限计算

在完成相关条件试验并汇总数据后，按照 GB/T 6379. 2-2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密密度）第 2 部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》，对 X 家参编单位的试验验证数据进行统计计算，并结合线性内插或外延法，得出各统一样的重复性限和再现性限。

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 X 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 10 重复性限

测定元素	质量分数 <i>w</i> /%	重复性限（ <i>r</i> ）/%
------	------------------	--------------------

FeO		

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 X 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 11 再现性限

测定元素	质量分数/%	再现性限（ R ）/%
FeO		

四、标准中涉及的专利情况

本标准不涉及专利问题。

五、标准预期达到的社会效益等情况

本标准修订过程中，由修订单位对国际、国内标准进行了查阅和调研，制定的方法更能紧密联系实际检测工作，为行业标准《钛铁矿精矿化学分析方法第 2 部分：铁含量的测定 重铬酸钾滴定法》的修订项目，修订后的分析方法，提高了检测效率，降低了检测成本，具有操作简单、测定结果精密度好、结果准确的优点，减少化学试剂和水的用量，从而减少污染物的排放，保护了环境，补充了 YS/T 360 的系列方法，促进钛行业发展，更好的服务于生产企业及市场贸易，为钛铁矿精矿产品市场更好的提供了技术支撑作用。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

无。

七、与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性国家标准的协调配套情况

本标准的技术内容与现行相关法律、法规、规章及相关标准和强制性国家标准没有冲突。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

九、标准性质的建议说明

根据标准化法和有关规定，建议本标准的性质为推荐性行业标准。

十、贯彻标准的要求和措施建议

1.首先应在实施前保证标准文本的充足供应，使相关生产和应用单位以及检测机构等都能及时获得本标准文本，这是保证新标准贯彻实施的基础。

2.本次制定的《钛铁矿精矿化学分析方法第2部分：铁含量的测定 重铬酸钾滴定法》，不仅与生产企业有关，而且与应用单位、检测机构等相关。对于标准使用过程中容易出现的疑问，起草单位有义务进行必要的解释。

3.可以针对标准使用的不同对象，如质量监管等相关部门，有侧重点地进行标准的培训和宣贯，以保证标准的贯彻实施。

十一、废止现行有关标准的建议

在本标准发布实施之日起，代替YS/T 360.3-2011《钛铁矿精矿化学分析方法第2部分：铁含量的测定 重铬酸钾滴定法》。

十二、其他应予说明的事项

无。

《铁矿精矿化学分析方法 第2部分：铁含量的测定 重铬酸钾滴定法》标准编制组

2026-07-14