ICS 77.120.90
H 14

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 360.2—XXXX

代替YS/T 360.6-2011

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

Methods of chemical analysis for ilmenite concentrate —
Part 2: Determination of iron content—
Potassium dichromate titration

（预审稿）

××××-××-××发布　　××××-××-××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 360《钛铁矿精矿化学分析方法》的第 2 部分。YS/T 360 已经发布了以下部分：

——第 1 部分：二氧化钛量的测定　硫酸铁铵滴定法；

——第 2 部分：铁含量的测定　重铬酸钾滴定法；

——第 3 部分：多元素含量的测定　X 射线荧光光谱法

——第 4 部分：氧化铝量测定　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：杂质成分含量的测定　电感耦合等离子原子发射光谱法。

本文件为 YS/T 360 的第 2 部分

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）更改了铁和氧化亚铁测定范围（见第 1 章，2011 版第 2 部分的第 1 章和第 3 部分的第 1 章）；

c）更改二氯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）。

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：新疆湘润新材料科技有限公司、遵义钛业股份有限公司、昆明冶金研究院有限公司、×××。

本文件主要起草人：×××、×××。

本文件所代替标准的历次版本发布情况为：

——1976 年首次发布为 YB 878-1976；

——2009 年第一次修定为 YS/T 360-1994；

——2011 年第二次修定为 YS/T 360.2-2011,YS/T 360.3-2011；

本次为第三次修定。

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

1 范围

本文件描述了钛铁矿精矿中铁含量测定方法的测定方法。

本文件适用于钛铁矿精矿中铁含量的测定方法的测定。方法一全铁测定范围为1.00%～60.00%，方法二氧化亚铁范围为1.00%～53.00%。

本文件适用于含铬、钒量不大于3mg，钨、钼量不大于2mg，锡、铜量不大于1mg的试样中氧化亚铁含量的测定。

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

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法一：铁含量的测定

4.1 原理

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。

4.2 试剂

除非另有说明，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 过氧化钠。
4.2.3 盐酸(ρ=1.19 g/mL)。
4.2.4 磷酸(ρ=1.69g/mL)。
4.2.5 硫酸(ρ=1.84g/mL)。
4.2.6 盐酸(1+1)。
4.2.7 盐酸(1+4)。
4.2.8 氯化亚锡溶液A（100g/L）：称取10g氯化亚锡于20 mL盐酸(5.3) 中，加热溶解后用水稀释至100 mL，混匀。
4.2.9 氯化亚锡溶液B（5g/L）：移取5 mL氯化亚锡溶液A(4.2.8) 中，于烧杯中，用水稀释至100 mL，混匀。
4.2.10 钨酸钠溶液（250g/L）：称取25g钨酸钠溶于适量水中，加5 mL（4.2.4）磷酸，用水稀至100 mL，混匀。
4.2.11 三氯化钛（1+14）：移取2 mL三氯化钛（15%-20%）于小滴瓶中，用盐酸（4.2.6）稀至30 mL，混匀，用时现配。
4.2.12 硫酸-磷酸混酸：将150mL硫酸(4.2.5)在搅拌下徐徐注入700 mL水中，冷至室温，加入150 mL磷酸(4.2.4)，混匀。
4.2.13 二苯胺磺酸钠溶液(5g/L)：称取0.5 g二苯胺磺酸钠溶于适量水中，用水稀至100 mL，混匀，贮存在棕色瓶中。
4.2.14 重铬酸钾标准滴定溶液($c_{1/6\ K_2Cr_2O_7}$=0.05000 mol/L)：称取4.9030 g 预先在150℃烘2 h重铬酸钾基准试剂，于500 mL烧杯中，溶于适量水中，移入2000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
4.2.15 重铬酸钾溶液($c_{1/6\ K_2Cr_2O_7}$=0.00500 mol/L)：移取10 mL重铬酸钾溶液（4.2.14），用水稀至100 mL，混匀。
4.2.16 铁标准溶液(0.05000 mol/L)：称取3.9925 g预先在150℃烘1 h的三氧化二铁($\omega_{Fe_2O_3}$≥99.99%)于250 mL烧杯中，缓慢加入35 mL盐酸（4.2.6），盖上表面皿，于电热板上低温加热溶解完全，冷却后移入1000 mL容量瓶中，加入10 mL盐酸（4.2.3），用水稀释至刻度，混匀。1.00 mL该溶液相当于1.00 mL重铬酸钾标准滴定溶液。

4.3 样品

4.3.1 试样粒度应不大于90 μm。
4.3.2 试样应在105 ℃±5 ℃烘2 h，置于干燥器中冷至室温。

4.4 试验步骤

4.4.1 试料

称取0.2g样品，精确至0.0001 g。

4.4.2 平行试验

平行做两份试验，取平均值。

4.4.3 空白试验

随同试料做空白试验（见4.4.5）。

4.4.4 测 定

4.4.4.1 将试料(4.4.1)置于预先盛有 2g～3 g 过氧化钠(4.2.2)的 30ml 刚玉坩埚中，再覆盖 1g 过氧化钠(4.2.2)，盖上坩埚盖，并稍留缝隙。在电炉上烘烤至熔剂呈焦黄色，然后将坩埚置于高温炉中，在 750±20℃熔融 6min～8min。取出，冷却。用滤纸擦干净坩埚外壁，置于 300ml 烧杯中，盖上表面皿，沿杯壁加入 35ml 盐酸（4.2.6），待溶解完全，用少量盐酸（4.2.7）洗涤坩埚及盖，再用蒸馏水洗净取出。

4.4.4.2 将溶液(4.4.4.1)加热至近沸，滴加氯化亚锡溶液 A(4.2.8)至溶液黄色变浅后，在用氯化亚锡溶液 B(4.2.9)还原至溶液为淡黄色，冷却至室温。加水稀释至体积为 100mL～130m，加入 5-10 滴钨酸钠溶液(4.2.10)，用三氯化钛(4.2.11)还原至溶液刚呈蓝色，逐滴滴加重铬酸钾溶液(4.2.15)并不断搅拌至溶液至无色(不计数），立即加入 15 mL 硫酸一磷酸混酸(4.2.12)和 3-5 滴二苯胺磺酸钠溶液(4.2.13)，用重铬酸钾标准滴定溶液(4.2.14)滴定至溶液呈稳定的紫色为终点,记作 V。

4.4.5 空白试验值

使用与试料相同数量的所有试剂和操作步骤测定空白试验值。在用氯化亚锡溶液 A(4.2.8)还原前，立刻移入 1.00mL 铁标准溶液（4.2.16），按 4.4.4.2 滴定至终点，将滴定体积记做 V_1，该滴定的空白试验值（V_0）为：

$$V_0 = V_1 - 1.00 \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (1)$$

4.5 试验数据处理

全铁的含量以质量分数ω_{Fe}表示，按公式(2)计算；

$$\omega_{Fe} = \frac{C(V-V_0)\times 55.85}{1000m} \times 100 \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (2)$$

式中：

V——滴定试料溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0——滴定空白溶液消耗重铬酸钾标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c—— 重铬酸钾标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

55.85—铁的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m——试料的质量，单位为克（g）；

计算结果表示至小数点后两位数字，数值修约按 GB/T 8170 规定执行。

4.6 精密度

4.6.1 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，这两个测试结果差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。精密度试验统计结果参见附录 A。

表 1　重复性限

Fe 质量分数 %	10.094	13.183	31.229	36.436	45.231	54.610	60.562
重复性限（r）%	0.19	0.20	0.23	0.30	0.32	0.46	0.49

4.6.2　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 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2　再现性限表

Fe 质量分数 %	10.094	13.183	31.229	36.436	45.231	54.610	60.562
再现性限（R）%	0.23	0.28	0.38	0.41	0.44	0.56	0.064

5　方法二　氧化亚铁含量的测定

5.1　原理

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。

5.2　试剂

除非另有说明，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　碳酸氢钠。

5.2.3　氟化钠。

5.2.4　盐酸(ρ约1.19 g/mL)。

5.2.5　磷酸(ρ约1.69g/mL)。

5.2.6　硫酸(ρ约1.84g/mL)。

5.2.7　碳酸氢钠饱和溶液。

5.2.8　硫酸-磷酸混酸：将150mL硫酸(5.2.5)在搅拌下徐徐注入700 mL水中，冷至室温，加入150 mL 磷酸(5.2.4)，混匀。

5.2.9　二苯胺磺酸钠溶液(5g/L)：称取0.5 g二苯胺磺酸钠溶于适量水中，用水稀至100 mL，混匀，贮存在棕色瓶中。

5.2.10　重铬酸钾标准滴定溶液($c_{1/6\ K_2Cr_2O_7}$=0.01500 mol/L)：称取1.4709g预先在150℃烘2 h重铬酸钾

基准试剂，于500 mL烧杯中，溶于适量水中，移入2000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.3 样品

5.3.1 试样粒度应不大于90 μm。

5.3.2 试样应在105 ℃±5 ℃烘2 h，置于干燥器中冷至室温。

5.4 试验步骤

5.4.1 试料

称取0.1g样品，精确至0.0001 g。

5.4.2 平行试验

平行做两份试验，取平均值。

5.4.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4.4 测定

5.4.4.1 将试料(5.4.1)置于500 mL锥形瓶中，加水润湿，加入1.0 g碳酸氢钠(5.2.2)、0.9 g～1.0g氟化钠 (5.2.3) 、40 mL盐酸(5.2.4)，以盛有适量碳酸氢钠饱和溶液(5.2.7)的盖氏漏斗塞住瓶口，在低温电炉上加热并不断摇动，使试料完全溶解，取下流水冷却至室温(冷却过程中不断补充碳酸氢钠饱和溶液)。

5.4.4.2 取下盖氏漏斗，立即加入15 mL硫酸—磷酸混酸(5.2.8)和3-5滴二苯胺磺酸钠溶液(5.2.9)，用重铬酸钾标准滴定溶液(5.2.10)滴定至溶液呈稳定的紫色为终点,记作 V。

5.5 试验数据处理

氧化亚铁的含量以氧化亚铁的质量分数ω_{Feo}表示，按公式(3)计算：

$$\omega_{Feo}=\frac{c(V-V_0)\times 71.85}{1000*m}\times 100 \qquad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots (3)$$

式中：

V——滴定试液中所消耗的重铬酸钾标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_0——空白试验所消耗的重铬酸钾标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c—— 重铬酸钾标准溶液的摩尔浓度，单位为摩尔每升 （mol/L）；

71.85 ——氧化亚铁的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；

m——试料的质量，单位为克（g）。

计算结果表示至小数点后两位数字，数值修约按 GB/T 8170 规定执行。

5.6 精密度

5.6.1 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，这两个测试结果差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 3 数据采用线性内插法求得。精密度试验统计结果参见附录 A。

表 3 重复性限

FeO 质量分数（w）%	8.418	11.857	28.634	34.745	55.513
重复性限（r）%	0.13	0.14	0.17	0.27	0.30

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 4 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 4 再现性限表

FeO 质量分数(w)%	8.418	11.857	28.634	34.745	55.513
再现性限（R）%	0.18	0.27	0.30	0.33	0.40

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；

——所使用的标准（包括发布和出版年号）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——测定中观察到的异常现象；

——试验日期。

附录 A
（资料性）
精密度试验原始数据

精密度试验原始数据是2026年由8家实验室分别对钛铁矿精矿中不同水平样品进行共同试验确定。每个实验室分别对每个水平的的全铁和氧化亚铁含量在重复性条件下独立测定7次。数据统计结果见表A。

表A 统计结果表

成分	水平	参加实验室的数目	可接受结果的数目	平均值%	重复性标准差 Sr	重复性变异系数	重复性限（r）%	再现性标准差 SR	再现性变异系数	再现性限（R）%
Fe		8	56	10.094	0.066	0.65	0.19	0.080	0.79	0.23
		8	56	13.183	0.072	0.55	0.20	0.098	0.75	0.28
		8	56	31.229	0.080	0.26	0.23	0.136	0.44	0.38
		8	56	36.436	0.104	0.29	0.30	0.144	0.39	0.41
		8	56	45.231	0.114	0.25	0.32	0.156	0.35	0.44
		8	56	54.610	0.162	0.30	0.46	0.199	0.36	0.56
		8	56	60.562	0.173	0.29	0.49	0.228	0.38	0.64
FeO		8	56	8.418	0.045	0.53	0.13	0.065	0.77	0.18
		8	56	11.857	0.049	0.41	0.14	0.095	0.80	0.27
		8	56	28.634	0.059	0.21	0.17	0.107	0.37	0.30
		8	56	34.745	0.097	0.28	0.27	0.116	0.33	0.33
		8	56	53.513	0.107	0.19	0.30	0.142	0.26	0.40