钛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

（预审稿）

新疆湘润新材料科技有限公司

2026 年 10 月

钛钛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）修订背景

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。

《“十四五”原材料工业发展规划》中提到（四） 提高产品质量：加强质量管理和过程控制。加强材料标准体系化建设，持续开展原材料工业质量提升行动，提高产品质量的稳定性、可靠性和适用性。《2024 年全国标准化工作重点》中强调了“35. 持续优化国家标准和行业标准体系，在有色金属等重点领域开展标准体系优化升级试点，围绕产业领域发展需求，加大力度整合一批、修订一批、制定一批、废止

一批标准。”基于以上原因，为落实相关标准化工作要求，推进标准体系优化，持续优化存量标准结构，实现标准体系动态维护，拟将 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 YYS/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》进行整合修订，不在使用二氯化汞剧毒化学试剂，考虑到钛铁矿中有氧化亚铁的存在，由于钛铁矿冶炼制取高钛渣电炉冶炼时，氧化亚铁是有益组分，而三价铁进入炉内需要消耗碳还原，增加电耗成本，所以保留氧化亚铁含量的测定，保留 YS/T 360.2 标准号，整合为《钛铁矿精矿化学分析方法 第 2 部分：铁量的测定 重铬酸钾滴定法》，并根据样品调研情况，扩大方法测定范围的适用性，满足当前钛铁矿精矿中全铁、氧化亚铁含量的检测需求和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和浙江创欣新材料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
8	浙江创欣新材料有限公司		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

随着近年来钛铁矿精矿物料的变化，样品中铁量和氧化亚铁量的范围与之前也有较大变化，根据筛查样品分析结果，存在铁量高于 45.00 %、氧化亚铁量高于 40 .00 %的情况，原标准的测定范围已经不能覆盖实际样品检测需求，因此存在修订的必要。从测定方法看， 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》均为重铬酸钾滴定法，可以整合为一个标准。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《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》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《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》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《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》，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.标准讨论会

2026 年 7 月 22 日全国有色金属标准化技术委员会组织在河北召开的《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》标准讨论会。来自西安汉唐分析检测有限公司、宝钛集团有限公司、金堆城钼业股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、宁夏东方钽业股份有限公司、广东广晟稀有金属光电新材料有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、西部超导材料科技股份有限公司、攀钢集团研究院有限公司、承德天大钒业有限责任公司、国核锆铪理化检测有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、金川集团股份有限公司、大连融德特种材料有限公司、湖南柿竹园有色金属有限责任公司和长沙矿冶院检测技术有限责任公司等单位四十多名专家代表参会，编制单位对《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》的项目背景、编制说明情况进行了汇报，与会专家代表对本标准文件进行了审阅和讨论，并提出了宝贵意见，会后，标准编制组汇总梳理根参会单位提出的意见与建议，对标准讨论稿及编制说明逐条开展修改、补充与完善工作。

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，将二氯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钛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主要试验和验证情况分析

3.1 技术内容的变化

本标准为旧标准整合修订，主要将 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》合并到 YS/T 360.2-20XX《钛铁矿精矿化学分析方法 第 2 部分：铁量的测定重铬酸钾滴定法 》中；

修订后氧化亚铁测定引用 YS/T 360.3-2011 的测定条件，并无变化，而 YS/T 360.2-20XX 与旧标准相比，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）将焦硫酸钾更改为过氧化钠（见 4.2.，2011 版第 2 部分的 3.1）

c）将二氯化汞更改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）

3.2 测定范围

根据钛铁矿精矿物料的变化，将原方法标准 Fe 的测定上限 45%修订为 60%，FeO 的测定上限 40%修订为 53%,所以修订后的 Fe 的测定范围为 1%～60%，FeO 的测定范围为 1%～53%。

方法一：全铁含量的测定

1. 过氧化钠用量的选择

本试验在钛铁精矿标样 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。一验单位与主编单位的试验结果一致。

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℃。一验单位与主编单位的试验结果一致。

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。　一验单位与主编单位的试验结果一致。

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	45mL
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。一验单位与主编单位的试验结果一致。

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。一验单位与主编单位的试验结果一致。

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。 一验单位与主编单位的试验结果一致。

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。 一验单位与主编单位的试验结果一致。

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—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—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。一验单位与主编单位的试验结果一致。

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。一验单位与主编单位的试验结果一致。

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。一验单位与主编单位的试验结果一致。

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 V^{5+} 、Cr^{6+}、，小于 2mg 的 Mo^{6+}、W^{6+}、小于 1mg Sn^{4+} Cu^{2+}不干扰测定。一验单位与主编单位的试验结果一致。

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。一验单位与主编单位的试验结果一致。

(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，其中 1#、2#是原矿，3# 4# 5# 6#是样品，7#是合成样，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）和浙江创欣新材料有限公司(H）为第二验证单位，具体试验结果见表 13。

表 13 各实验室精密度试验

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			
1#	Fe	A	10.155	10.012	10.109	10.087	10.110	10.107	10.047	10.090	0.05	0.47
		B	9.985	9.995	9.999	10.099	10.117	9.989	10.112	10.042	0.06	0.63
		C	9.963	10.015	10.066	10.158	10.105	9.973	9.927	10.030	0.08	0.83
		D	10.188	10.119	10.125	10.178	10.172	10.125	10.179	10.155	0.03	0.30
		E	10.174	10.007	10.167	10.193	10.167	10.125	10.160	10.142	0.06	0.62
		F	9.992	10.281	10.176	10.157	10.213	10.034	10.256	10.158	0.11	1.07
		G	10.115	9.995	9.989	10.035	10.112	10.046	10.085	10.054	0.05	0.52
		H	10.02	10.114	10.120	10.01	10.105	10.065	10.122	10.079	0.05	0.48
2#	Fe	A	13.232	13.118	13.139	13.187	13.195	13.138	13.115	13.161	0.04	0.34
		B	13.112	13.106	13.116	13.171	13.151	13.094	13.172	13.132	0.03	0.25
		C	13.102	12.989	13.177	13.278	13.121	13.007	13.199	13.125	0.10	0.79
		D	13.281	13.25	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	13.35	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	13.253	13.152	13.126	12.989	13.223	13.218	13.012	13.139	0.10	0.79
		H	13.056	13.23	13.133	13.12	12.996	13.05	13.156	13.106	0.08	0.60
3#	Fe	A	31.085	31.121	31.296	31.297	31.189	31.144	30.903	31.148	0.14	0.44
		B	31.079	31.123	31.099	31.181	31.095	31.091	31.133	31.114	0.03	0.11
		C	31.258	31.384	31.196	31.246	31.332	31.226	31.311	31.279	0.07	0.21
		D	31.438	31.375	31.312	31.408	31.346	31.385	31.44	31.386	0.05	0.15
		E	31.365	31.511	31.379	31.259	31.379	31.295	31.358	31.364	0.08	0.25
		F	31.323	31.206	31.355	31.367	31.199	31.187	31.372	31.287	0.09	0.27
		G	30.991	31.023	31.056	31.136	31.233	31.168	31.129	31.105	0.09	0.28
		H	31.067	31.197	31.256	31.160	31.046	31.200	31.090	31.145	0.08	0.25
4#	Fe	A	36.388	36.413	36.416	36.409	36.342	36.427	36.454	36.407	0.03	0.10
		B	36.337	36.391	36.3903	36.3998	36.331	36.3234	36.393	36.367	0.03	0.09
		C	36.395	36.585	36.584	36.855	36.457	36.649	36.527	36.579	0.15	0.41
		D	36.645	36.608	36.615	36.559	36.650	36.645	36.596	36.617	0.03	0.09
		E	36.582	36.002	36.135	36.363	36.258	36.239	36.621	36.314	0.23	0.62
		F	36.327	36.265	36.398	36.377	36.363	36.401	36.479	36.373	0.07	0.18
		G	36.412	36.479	36.323	36.389	36.456	36.332	36.399	36.399	0.06	0.16
		H	36.400	36.410	36.522	36.500	36.436	36.374	36.390	36.433	0.06	0.16
5#	Fe	A	45.29	45.313	45.045	45.185	45.273	45.048	45.401	45.222	0.14	0.30
		B	44.998	45.073	44.957	45.272	44.875	44.933	44.927	45.005	0.13	0.30
		C	45.523	45.292	45.287	45.066	45.524	45.189	45.198	45.297	0.17	0.38
		D	45.375	45.25	45.25	45.316	45.154	45.314	45.295	45.279	0.07	0.15
		E	45.203	45.14	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	45.459	45.221	45.353	45.288	45.361	45.56	45.551	45.399	0.13	0.28
		H	45.21	45.157	45.135	45.296	45.133	45.200	45.128	45.180	0.06	0.13
6#	Fe	A	54.553	54.544	54.524	54.644	54.492	54.595	54.421	54.539	0.07	0.13
		B	54.311	54.326	54.424	54.4	54.525	54.514	54.623	54.446	0.11	0.21
		C	54.396	54.75	54.695	54.651	54.392	54.756	54.579	54.603	0.15	0.28

		D	54.775	54.875	54.738	54.725	54.702	54.85	54.932	54.800	0.09	0.16
		E	54.92	54.212	54.116	54.842	54.548	54.409	54.092	54.448	0.34	0.62
		F	54.901	54.778	54.819	54.692	54.723	54.634	54.719	54.752	0.09	0.16
		G	54.805	54.669	54.656	54.773	54.663	54.668	54.533	54.681	0.09	0.16
		H	54.590	54.600	54.778	54.863	54.650	54.386	54.410	54.611	0.18	0.32
7#	Fe	A	60.529	60.622	60.001	60.102	60.664	60.867	60.634	60.488	0.32	0.52
		B	60.196	60.215	60.434	60.424	60.561	60.622	60.436	60.413	0.16	0.26
		C	60.226	60.247	60.484	60.266	60.579	60.626	60.574	60.429	0.18	0.29
		D	60.879	60.875	60.875	60.9375	60.875	60.746	61.015	60.886	0.08	0.13
		E	60.561	60.618	60.738	60.432	60.354	60.887	60.541	60.590	0.18	0.30
		F	60.397	60.382	60.564	60.692	60.431	60.313	60.489	60.467	0.13	0.21
		G	60.527	60.811	60.599	60.875	60.694	60.804	60.621	60.704	0.13	0.21
		H	60.566	60.552	60.36	60.72	60.459	60.483	60.5	60.520	0.11	0.18

2. 主要实验（或验证）的分析

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）和浙江创欣新材料有限公司(H）为第二验证单位，按照 GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求对各家验证数据分别按照重复性和再现性的公式进行计算，得到不同含量的重复性限和再现性限。各家数据统计见表 14

表 14 Fe 验证数据

试验单位	水平 1		水平 2		水平 3		水平 4		水平 5		水平 6		水平 7	
	$\bar{X}$%	s%	$\bar{X}$%	s%	$\bar{X}$%	s%	$\bar{X}$%	s%	$\bar{X}$%	s%	$\bar{X}$%	s%	$\bar{X}$%	s%
A	10.090	0.05	13.161	0.04	31.148	0.14	36.407	0.03	45.222	0.14	54.539	0.07	60.488	0.32
B	10.042	0.06	13.132	0.03	31.114	0.03	36.367	0.03	45.005	0.13	54.446	0.11	60.413	0.16
C	10.030	0.08	13.125	0.10	31.279	0.07	36.579	0.15	45.297	0.17	54.603	0.15	60.429	0.18
D	10.155	0.03	13.242	0.03	31.386	0.05	36.617	0.03	45.279	0.07	54.800	0.09	60.886	0.08
E	10.142	0.06	13.286	0.07	31.364	0.08	36.314	0.23	45.183	0.04	54.448	0.34	60.590	0.18
F	10.158	0.11	13.275	0.07	31.287	0.09	36.373	0.07	45.284	0.10	54.752	0.09	60.467	0.13
G	10.054	0.05	13.139	0.10	31.105	0.09	36.399	0.06	45.399	0.13	54.681	0.09	60.704	0.13
H	10.079	0.05	13.106	0.08	31.145	0.08	36.433	0.06	45.180	0.06	54.611	0.18	60.520	0.11

采用格拉布斯检验法，分别对8家单位测定的数据进行异常值情况分析，结果见表15

$$G_1 = \frac{\bar{X} - X_1}{S} \qquad G_n = \frac{X_n - \bar{X}}{S}$$

15 不同Fe 含量水平样品分析结果异常值分析

试验单位	水平 1（1#）						
	$\bar{X}$%	s%	G_n/%	G_1/%	舍去界限值 /n=7 a=0.05	舍去界限值 /n=7 a=0.01	结论

A	10.090	0.47	1.395	1.653	2.020	2.139	无异常值
B	10.042	0.63	1.184	0.908			无异常值
C	10.030	0.83	1.537	1.228			无异常值
D	10.155	0.30	1.078	1.185			无异常值
E	10.142	0.62	0.814	2.145			无异常值
F	10.158	1.07	1.127	1.530			无异常值
G	10.054	0.52	1.178	1.249			无异常值
H	10.079	0.48	0.886	1.444			无异常值
试验单位	水平 2（2#）						
	$\bar{X}$%	$\bar{s}$%	G_0/%	G_1/%	舍去界限值 /n=7 a=0.05	舍去界限值 /n=7 a=0.01	结论
A	13.161	0.34	1.607	1.025	2.020	2.139	无异常值
B	13.132	0.25	1.247	1.168			无异常值
C	13.125	0.79	1.478	1.308			无异常值
D	13.242	0.23	1.267	1.732			无异常值
E	13.286	0.54	1.213	1.106			无异常值
F	13.275	0.55	0.931	1.592			无异常值
G	13.139	0.79	1.093	1.438			无异常值
H	13.106	0.60	1.591	1.408			无异常值
试验单位	水平 3（3#）						
	$\bar{X}$%	$\bar{X}$%	G_0/%	G_1/%	舍去界限值 /n=7 a=0.05	舍去界限值 /n=7 a=0.01	结论
A	31.148	0.44	1.099	1.804	2.020	2.139	无异常值
B	31.114	0.11	1.913	1.018			无异常值
C	31.279	0.21	1.592	1.259			无异常值
D	31.386	0.15	1.141	1.578			无异常值
E	31.364	0.25	1.854	1.318			无异常值
F	31.287	0.27	0.994	1.170			无异常值
G	31.105	0.28	1.493	1.333			无异常值
H	31.145	0.25	1.408	1.259			无异常值

试验单位	水平 4（4#）						
	$\bar{X}$%	s%	G_0/%	G_1/%	舍去界限值/n=7 a=0.05	舍去界限/n=7 a=0.01	结论
A	36.407	0.10	1.346	1.861	2.020	2.139	无异常值
B	36.367	0.09	0.977	1.265			无异常值
C	36.579	0.41	1.858	1.237			无异常值
D	36.617	0.09	1.003	1.752			无异常值
E	36.314	0.62	1.357	1.381			无异常值

F	36.373	0.18	1.596	1.622			无异常值
G	36.399	0.16	1.387	1.303			无异常值
H	36.433	0.16	1.564	1.041			无异常值
试验单位	水平 5（5#）						
	$\bar{X}$%	$\bar{X}$%	G_0/%	G_1/%	舍去界限值/n=7 a=0.05	舍去界限值/n=7 a=0.01	结论
A	45.222	0.30	1.318	1.305	2.020	2.139	无异常值
B	45.005	0.30	2.005	0.976			无异常值
C	45.297	0.38	1.320	1.343			无异常值
D	45.279	0.15	1.370	1.789			无异常值
E	45.183	0.09	1.584	1.418			无异常值
F	45.284	0.21	1.312	1.550			无异常值
G	45.399	0.28	1.246	1.377			无异常值
H	45.180	0.13	1.908	0.852			无异常值
试验单位	水平 6（6#）						
	$\bar{X}$%	$\bar{X}$%	G_0/%	G_1/%	舍去界限值/n=7 a=0.05	舍去界限值/n=7 a=0.01	结论
A	54.539	0.13	1.467	1.649	2.020	2.139	无异常值
B	54.446	0.21	1.557	1.190			无异常值
C	54.603	0.28	0.990	1.361			无异常值
D	54.800	0.16	1.525	1.124			无异常值
E	54.448	0.62	1.399	1.057			无异常值
F	54.752	0.16	1.684	1.339			无异常值
G	54.681	0.16	1.401	1.672			无异常值
H	54.611	0.32	1.437	1.283			无异常值
试验单位	水平 7（7#）						
	$\bar{X}$%	$\bar{X}$%	G_0/%	G_1/%	舍去界限值 /n=7 a=0.05	舍去界限值 /n=7 a=0.01	结论
A	60.488	0.52	1.195	1.539	2.020	2.139	无异常值
B	60.413	0.26	1.312	1.356			无异常值
C	60.429	0.29	1.119	1.151			无异常值
D	60.886	0.13	1.593	1.731			无异常值
E	60.590	0.30	1.648	1.311			无异常值
F	60.467	0.21	1.765	1.206			无异常值
G	60.704	0.21	1.321	1.374			无异常值
H	60.520	0.18	1.798	1.438			无异常值

从上表结果看出：样品分析结果无异常值。

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 14 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 14 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

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 15 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 15　再现性限

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

方法二　氧化亚铁含量的测定

此方法引用YST 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》与原标准一致，只扩大了测量范围，并重新做了条件验证。

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。一验单位与主编单位的试验结果一致。

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。一验单位与主编单位的试验结果一致。

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。一验单位与主编单位的试验结果一致。

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。一验单位与主编单位的试验结果一致。

4．滴定时的温度

本试验采用钛铁精矿标样 GBW07840 （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,℃	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℃～35℃结果无变化。本法选用常温。一验单位与主编单位的试验结果一致。

5. 共存离子的影响

本试验在钛铁精矿标样 GBW07840 （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。一验单位与主编单位的试验结果一致。

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 FeO=29.65%	29.61 29.69 29.67 29.63 29.63 29.64 29.52 29.65 29.69 29.59 29.60	29.63	0.049	29.62 29.78 29.61 29.66 29.62 29.67 29.62 29.60 29.60 29.62 29.59	29.64	0.051

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。一验单位与主编单位的试验结果一致。

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）和浙江创欣新材料有限公司(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			
1#	Fe0	A	8.348	8.430	8.359	8.334	8.367	8.366	8.389	8.370	0.031	0.374
		B	8.422	8.392	8.448	8.469	8.482	8.468	8.445	8.447	0.031	0.368
		C	8.363	8.470	8.501	8.427	8.329	8.442	8.393	8.418	0.060	0.716
		D	8.399	8.388	8.391	8.294	8.351	8.245	8.262	8.333	0.065	0.781
		E	8.464	8.438	8.459	8.527	8.458	8.553	8.453	8.479	0.043	0.507
		F	8.496	8.465	8.424	8.476	8.452	8.413	8.479	8.458	0.030	0.357
		G	8.465	8.396	8.355	8.432	8.358	8.402	8.356	8.395	0.042	0.506
		H	8.432	8.463	8.400	8.477	8.386	8.386	8.442	8.427	0.037	0.437
2#	Fe0	A	11.819	11.895	11.895	11.891	11.899	11.939	11.850	11.884	0.039	0.324
		B	11.815	11.819	11.763	11.726	11.783	11.775	11.810	11.784	0.034	0.285
		C	11.776	11.766	11.723	11.699	11.703	11.878	11.729	11.753	0.062	0.529
		D	11.809	11.747	11.747	11.812	11.737	11.803	11.831	11.784	0.039	0.327
		E	11.867	11.897	11.894	11.867	11.886	11.887	11.889	11.884	0.012	0.101
		F	11.915	11.978	12.126	11.968	12.001	11.973	11.946	11.987	0.067	0.560
		G	11.968	11.903	11.971	11.854	11.935	12.055	11.958	11.949	0.063	0.524
		H	11.836	11.896	11.765	11.835	11.849	11.765	11.895	11.834	0.054	0.454
3#	Fe0	A	28.619	28.632	28.694	28.601	28.691	28.694	28.730	28.666	0.048	0.168
		B	28.495	28.800	28.466	28.750	28.698	28.651	28.660	28.646	0.124	0.434
		C	28.691	28.611	28.692	28.597	28.619	28.552	28.592	28.622	0.052	0.182
		D	28.706	28.802	28.816	28.788	28.817	28.730	28.773	28.776	0.043	0.150
		E	28.577	28.509	28.590	28.553	28.489	28.586	28.570	28.554	0.039	0.138
		F	28.545	28.592	28.562	28.543	28.548	28.523	28.656	28.567	0.045	0.156
		G	28.554	28.569	28.598	28.563	28.545	28.567	28.498	28.556	0.031	0.107
		H	28.856	28.764	28.764	28.752	28.746	28.761	28.854	28.785	0.048	0.167
4#	Fe0	A	34.765	34.785	34.778	34.741	34.815	34.725	34.739	34.764	0.031	0.090
		B	34.859	34.832	34.821	34.855	34.868	34.940	35.004	34.883	0.066	0.188
		C	34.676	34.693	34.679	34.699	34.796	34.627	34.691	34.694	0.051	0.146
		D	34.596	34.866	34.650	34.586	34.751	34.926	34.735	34.730	0.131	0.376
		E	34.687	34.665	34.517	34.621	34.625	34.638	34.658	34.630	0.055	0.159
		F	34.875	34.776	34.711	34.788	34.832	34.708	34.822	34.787	0.062	0.178
		G	34.535	34.778	34.678	34.995	34.885	34.665	34.599	34.734	0.163	0.468
		H	34.768	34.860	34.569	34.852	34.685	34.850	34.562	34.735	0.131	0.378
5#	Fe0	A	53.458	53.565	53.571	53.439	53.425	53.400	53.547	53.486	0.072	0.135
		B	53.760	53.454	53.619	53.817	53.745	53.569	53.647	53.659	0.125	0.234
		C	53.757	53.521	53.693	53.396	53.702	53.623	53.389	53.583	0.150	0.280
		D	53.672	53.726	53.457	53.675	53.590	53.405	53.624	53.593	0.119	0.223
		E	53.391	53.318	53.361	53.370	53.385	53.310	53.345	53.354	0.032	0.059
		F	53.358	53.562	53.397	53.363	53.396	53.479	53.305	53.409	0.086	0.161
		G	53.395	53.662	53.450	53.380	53.665	53.385	53.396	53.476	0.130	0.243
		H	53.450	53.682	53.660	53.499	53.563	53.465	53.500	53.546	0.093	0.174

采用格拉布斯检验法，分别对8家单位测定的数据进行异常值情况分析，结果见表10

$$G_1 = \frac{\bar{X} - X_1}{S} \qquad G_n = \frac{X_n - \bar{X}}{S}$$

10 不同 Fe0 含量水平样品分析结果异常值分析

试验单位	水平 1（1#）						
	$\bar{X}$%	s%	G_n/%	G_1/%	舍去界限值 /n=7 a=0.05	舍去界限值 /n=7 a=0.01	结论
A	8.370	0.031	1.902	1.163	2.020	2.139	无异常值
B	8.447	0.031	1.139	1.755			无异常值
C	8.418	0.060	1.379	1.473			无异常值
D	8.333	0.065	1.017	1.349			无异常值
E	8.479	0.043	1.718	0.944			无异常值
F	8.458	0.030	1.263	1.485			无异常值
G	8.395	0.042	1.653	0.939			无异常值
H	8.427	0.037	1.369	1.102			无异常值
试验单位	水平 2（2#）						
	$\bar{X}$%	$\bar{s}$%	G_n/%	G_1/%	舍去界限值 /n=7 a=0.05	舍去界限值 /n=7 a=0.01	结论
A	11.884	0.039	1.426	1.686	2.020	2.139	无异常值
B	11.784	0.034	1.031	1.742			无异常值
C	11.753	0.062	2.003	0.875			无异常值
D	11.784	0.039	1.227	1.211			无异常值
E	11.884	0.012	1.070	1.409			无异常值
F	11.987	0.067	2.076	1.069			无异常值
G	11.949	0.063	1.692	1.520			无异常值
H	11.834	0.054	1.146	1.292			无异常值
试验单位	水平 3（3#）						
	$\bar{X}$%	$\bar{X}$%	G_n/%	G_1/%	舍去界限值 /n=7 a=0.05	舍去界限值 /n=7 a=0.01	结论
A	28.666	0.048	1.334	1.349	2.020	2.139	无异常值
B	28.646	0.124	1.242	1.446			无异常值
C	28.622	0.052	1.346	1.346			无异常值
D	28.776	0.043	0.952	1.626			无异常值
E	28.554	0.039	0.926	1.635			无异常值
F	28.567	0.045	1.996	0.987			无异常值
G	28.556	0.031	1.366	1.909			无异常值
H	28.785	0.048	1.471	0.817			无异常值

试验单位	水平 4（4#）						
	$\bar{X}$%	s%	G_1/%	G_2/%	舍去界限值/n=7 a=0.05	舍去界限/n=7 a=0.01	结论
A	34.764	0.031	1.624	1.242	2.020	2.139	无异常值
B	34.883	0.066	1.845	0.939			无异常值
C	34.694	0.051	2.000	1.328			无异常值
D	34.730	0.131	1.500	1.102			无异常值
E	34.630	0.055	1.032	2.054			无异常值
F	34.787	0.062	1.410	1.279			无异常值
G	34.734	0.163	1.608	1.221			无异常值
H	34.735	0.131	0.950	1.318			无异常值
试验单位	水平 5（5#）						
	$\bar{X}$%	$\bar{X}$%	G_1/%	G_2/%	舍去界限值/n=7 a=0.05	舍去界限值/n=7 a=0.01	结论
A	53.486	0.072	1.171	1.197	2.020	2.139	无异常值
B	53.659	0.125	1.262	1.632			无异常值
C	53.583	0.150	1.162	1.295			无异常值
D	53.593	0.119	1.117	1.573			无异常值
E	53.354	0.032	1.162	1.403			无异常值
F	53.409	0.086	1.789	1.207			无异常值
G	53.476	0.130	1.452	0.739			无异常值
H	53.546	0.093	1.467	1.028			无异常值

从上表结果看出：样品分析结果无异常值。

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

FeO 质量分数（σ）%	8.418	11.857	28.634	34.745	53.513

重复性限（r）%	0.13	0.14	0.17	0.27	0.30

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

FeO 质量分数（w）%	8.418	11.857	28.634	34.745	53.513
再现性限（R）%	0.18	0.27	0.30	0.33	0.40

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经济效益等情况

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，YS/T 360.2-2011《钛铁矿精矿化学分析方法 第2部分：全铁含量的测定 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：氧化亚铁含量的测定 重铬酸钾滴定法》废止。

十二、其他应予说明的事项

无。

《钛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》标准编制组

2026-09-30