

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 159.1—2015

代替 YB/T 159.1—1999

钛精矿(岩矿) 二氧化钛含量 的测定 硫酸铁铵滴定法

Titanium concentrate(rock minerals)—Determination of titanium dioxide
content—The ferric ammonium sulfate titrimetric method

2015-04-30 发布

2015-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YB/T 159《钛精矿(岩矿)》分为以下 7 个部分:

- 第 1 部分 钛精矿(岩矿) 二氧化钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法;
- 第 2 部分 钛精矿(岩矿) 全铁含量的测定 三氯化钛重铬酸钾滴定法;
- 第 3 部分 钛精矿(岩矿) 氧化亚铁含量的测定 重铬酸钾滴定法;
- 第 4 部分 钛精矿(岩矿) 磷含量的测定 钼磷钼蓝分光光度法;
- 第 5 部分 钛精矿(岩矿) 硫含量的测定 燃烧碘量法;
- 第 6 部分 钛精矿(岩矿) 氧化钙和氧化镁含量的测定 EGTA-CyDTA 滴定法;
- 第 7 部分 钛精矿(岩矿) 氧化钙和氧化镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法。

本部分为 YB/T 159 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 YB/T 159.1—1999《钛精矿(岩矿)化学分析方法 硫酸铁铵容量法测定二氧化钛含量》,与 YB/T 159.1—1999 相比,主要技术变化如下:

- 本部分增加了“警告”说明和“试验报告”要求;
- 更新了规范性引用文件;
- 修改了取样和制样的要求,规定按照 GB/T 6730.1 和 GB/T 10322.1 的要求进行制取样;
- 将原标准中硫酸铁铵标准溶液标定时“极差大于 0.10mL 则应重新标定”,修改为“极差大于 0.05mL 则应重新标定”;
- 本部分增加了“结果计算”要求及规范性附录 A。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC318)归口。

本部分起草单位:国家冶金工业铁精矿质量监督检测中心、国家钒钛制品质量监督检验中心、金属矿产资源高效循环利用国家工程研究中心。

本部分主要起草人:张念慈、徐修平、唐香林、华绍广、方霖、左平。

本部分所代替标准的历次发布情况:

- YB/T 159.1—1999。

钛精矿(岩矿) 二氧化钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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

本部分规定了用硫酸铁铵滴定法测定二氧化钛含量。

本部分适用于钛精矿(岩矿)中二氧化钛含量的测定,测定范围(质量分数): $\geq 40.00\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 6730.1 铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 10322.1 铁矿石 取样和制样方法

3 原理

试料以过氧化钠熔融,水浸取后盐酸酸化,在盐酸和硫酸介质中,隔绝空气,用金属铝将钛(IV)还原至钛(III),以硫氰酸盐为指示剂,用硫酸铁铵标准溶液滴定。

4 试剂与材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水,符合 GB/T 6682 的规定。

4.1 金属铝片,纯度不低于 99.5%。

4.2 二氧化钛,光谱纯,850℃灼烧 1h,置于干燥器中冷却,贮存。

4.3 三氧化二铁,高纯。

4.4 过氧化钠。

4.5 盐酸, $\rho 1.19\text{g/mL}$ 。

4.6 硫酸, $\rho 1.84\text{g/mL}$ 。

4.7 硫酸铵饱和溶液。

4.8 碳酸氢钠饱和溶液,用煮沸过的蒸馏水或煮沸过的去离子水配制。

4.9 硫酸铁铵标准溶液,约 0.05mol/L。称取 24.1g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 置于 1000mL 烧杯中,加 500mL 水和 50mL 硫酸(见 4.6),加热溶解,取下滴加 0.1%高锰酸钾溶液至呈微红色,加热煮沸使过量的高锰酸钾分解完全,冷却至室温,移入 1000mL 容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。

4.9.1 标定

称取 0.1500g 二氧化钛(见 4.2)和 0.15g 三氧化二铁(见 4.3)于刚玉坩埚中。以下按 7.5 进行,同时标定 3 份,取平均值。如果极差大于 0.05mL 则应重新标定,随同做试剂空白试验。

4.9.2 计算

硫酸铁铵标准溶液浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{1000 \times m}{79.90 \times (V - V_0)} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——硫酸铁铵标准溶液的物质的量浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——称取二氧化钛的质量,单位为克(g);

79.90——二氧化钛的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

V ——标定时所消耗硫酸铁铵标准溶液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——试剂空白所消耗硫酸铁铵标准溶液体积,单位为毫升(mL)。

4.10 硫氰酸铵溶液,300g/L。

5 仪器

5.1 刚玉坩埚,容积 25mL。

5.2 马弗炉,可调温度 500℃~1000℃。

6 取样和制样

6.1 实验室试样

按照 GB/T 10322.1 进行取样和制样。一般试样粒度应小于 100 μ m。如试样中化合水或易氧化物含量高时,其粒度应小于 160 μ m。

6.2 预干燥试样的制备

按照 GB/T 6730.1 在 105℃ \pm 2℃下干燥试样。

7 分析步骤

7.1 测定次数

对同一预干燥试样,至少独立测定两次。

注:“独立”是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中,此条件意味着同一操作者在不同的时间或不同操作者进行重复测定,包括采用适当的再校准。

7.2 试料量

称取 0.30g 预干燥试样(见 6.2),精确至 0.0001g。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验,所用试剂须取自同一试剂瓶。

7.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品做验证试验。

7.5 测定

7.5.1 试料的分解

将试料(见 7.2)置于刚玉坩埚中,加入 4g~5g 过氧化钠(见 4.4),在高温电炉上或马弗炉入口处烘烤 5min~10min,盖上(铁或镍)坩埚盖,放入马弗炉,于 700℃熔融 10min,取出冷却。

注:为防止因温度急剧变化而造成刚玉坩埚破裂,可在其外面套上一内垫有少量石棉的瓷坩埚。

7.5.2 还原

7.5.2.1 擦净坩埚外壁,将坩埚及坩埚盖置于 300mL 烧杯中,加 50mL~60mL 热水,盖上表面皿,待反应完全后,取下表面皿,将坩埚盖擦净,洗出,加 40mL 盐酸(见 4.5)于烧杯中,待沉淀溶解完全后,洗出坩埚,将溶液转入 500mL 锥形瓶中,缓缓加入 20mL 硫酸(见 4.6),用水稀释至 200mL,加 2g~2.5g 铝片

(见 4.1)。待反应至溶液呈深灰色时,加 20mL 硫酸铵饱和溶液(见 4.7),继续反应(应经常摇动,如反应较慢,可适当加热)。待反应结束(此时溶液应呈三价钛离子紫色),再补加约 0.2g~0.3g 铝片,在电炉上加热。立即塞上带有导管的橡皮塞,导管出气端插入水中。继续加热至铝片全部溶掉,溶液冒大气泡 1min~2min,取下锥形瓶,导管迅速插入碳酸氢钠饱和溶液(见 4.8)中,流水冷却至室温。

7.5.2.2 当试料中五氧化二钒含量不小于 0.2%时,按下法处理:擦净坩埚外壁,将坩埚及坩锅盖置于 300mL 烧杯中。加 80mL~100mL 热水,盖上表面皿,待反应完全后,取下表面皿,将坩埚盖擦净,洗出。将浸取液在电炉上煮沸至无小气泡,取下冷却。用中速滤纸过滤,用 1%氢氧化钠溶液洗涤烧杯及沉淀 2 次~3 次,弃去滤液,将大部分沉淀用水冲至原烧杯中(用水体积控制在 30mL 以内),加 30mL 盐酸(见 4.5)。将保留的坩埚放入溶液中,低温加热至沉淀完全溶解,洗出坩埚,趁热将溶液倒在原滤纸上,以溶解残留沉淀,滤液用 500mL 锥形瓶承接,再用热的 5%盐酸洗涤烧杯及滤纸至无铁离子,缓缓加入 20mL 硫酸(见 4.6),用水稀释至 200mL,以下操作按 7.5.2.1 相应步骤进行。

7.5.3 滴定

取下橡皮塞,迅速加入 10mL 硫氰酸铵溶液(见 4.10),立即用硫酸铁铵标准溶液(见 4.9)滴定至稳定的橙红色为滴定终点,记下滴定体积 V 。

8 结果计算

8.1 二氧化钛含量的计算

按式(2)计算二氧化钛含量(w_{TiO_2}),以质量百分数表示:

$$w_{TiO_2} (\%) = \frac{c(V-V_0)}{1000m} \times 79.90 \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——硫酸铁铵标准溶液的物质的量浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——滴定试料溶液消耗硫酸铁铵标准溶液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白实验消耗硫酸铁铵标准溶液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料量,单位为克(g);

79.90——二氧化钛的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)。

8.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值如不大于表 1 规定的允许差,则取其算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值大于表 1 规定的允许差,则按附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 修约,表示至小数后两位数字。

9 允许差

分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 二氧化钛含量的允许差

%(质量分数)

二氧化钛含量	允许差
≥ 40.00	0.50

10 试验报告

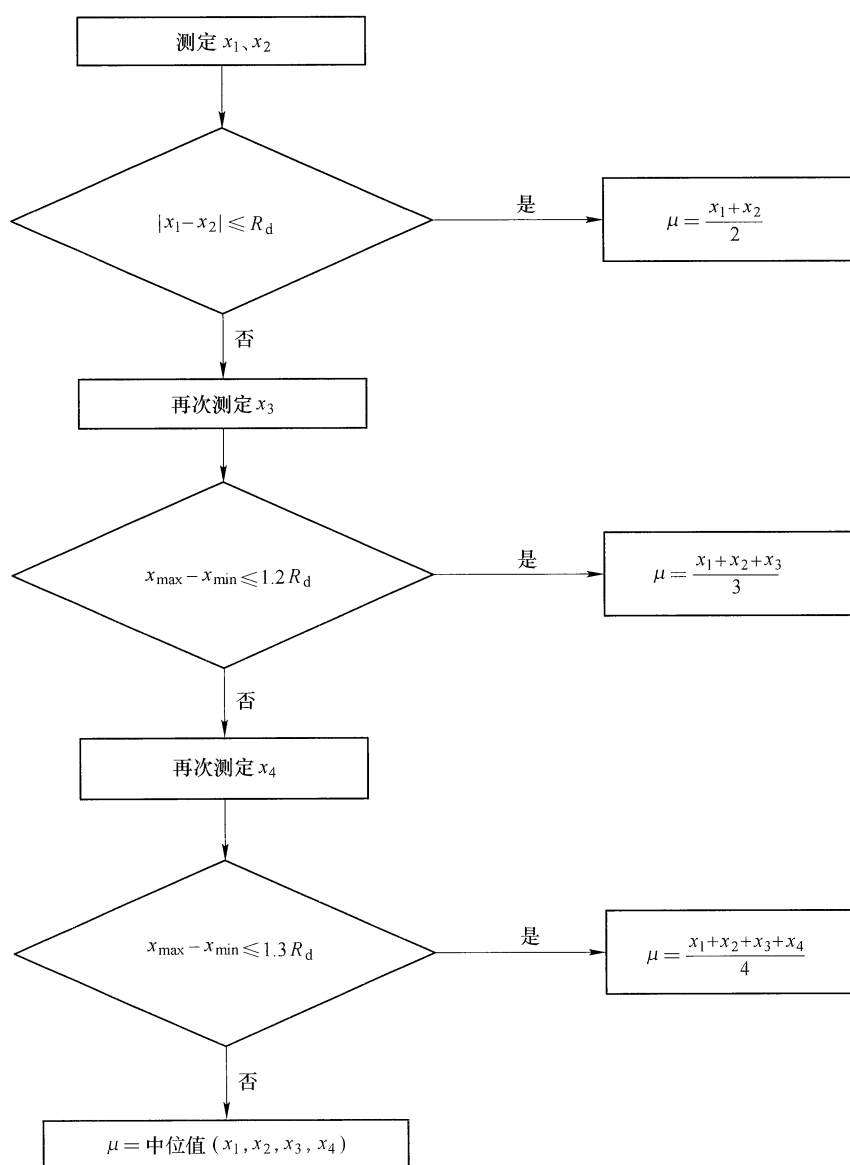
试验报告应包括下列信息:

a) 测试实验室名称和地址;

- b) 试验报告发布日期；
- c) 本部分的编号；
- d) 试样本身必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 标准样品名称和结果；
- g) 测定过程中存在的任何异常特性和在本部分中没有规定的可能对试样或标准样品的分析结果产生影响的任何操作。

附 录 A
(规范性附录)
试样分析值接受程序流程图

从独立的重复结果开始



注: R_d 即表 1 所列允许差。

图 A.1 试样分析值接受程序流程图

中华人民共和国黑色冶金
行业标准
钛精矿(岩矿) 二氧化钛含量的测定
硫酸铁铵滴定法
YB/T 159.1—2015

*

冶金工业出版社出版发行
北京北河沿大街嵩祝院北巷39号
邮政编码:100009

北京七彩京通数码快印有限公司印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2015年9月第一版 2015年9月第一次印刷

*

统一书号:155024·0750 定价:25.00元

155024·0750



9 715502 407509 >