

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 159.3—2015

代替 YB/T 159.3—1999

钛精矿(岩矿) 氧化亚铁含量的测定 重铬酸钾滴定法

Titanium concentrate(rock minerals)—Determination of ferrous oxide
content—The potassium dichromate 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 3 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 159.3—1999《钛精矿(岩矿)化学分析方法 重铬酸钾容量法测定氧化亚铁含量》,与 YB/T 159.3—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;
- 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、仲利、李波、蔡北雁。

本部分所代替标准的历次发布情况:

- YB/T 159.3—1999。

钛精矿(岩矿) 氧化亚铁含量的测定 重铬酸钾滴定法

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

本部分规定了用重铬酸钾滴定法测定氧化亚铁含量。

本部分适用于钛精矿(岩矿)中氧化亚铁含量的测定,测定范围(质量分数):20.00%~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

试料在隔绝空气条件下,用盐酸和氟化钠溶解,加入硫磷混合酸,以二苯胺磺酸钠为指示剂,用重铬酸钾标准溶液滴定,借此测定氧化亚铁含量。

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 氟化钠。

4.2 碳酸氢钠。

4.3 盐酸,3+1。

4.4 硫磷混合酸,于 910mL 水中加入 45mL 硫酸(ρ 1.84g/mL)和 45mL 磷酸(ρ 1.70g/mL)。

4.5 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。

4.6 饱和硼酸溶液。

4.7 硫酸亚铁铵溶液,约 0.03mol/L。

称取 11.82g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于硫酸(5+95)中,移入 1000mL 容量瓶,以硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。

4.8 重铬酸钾标准溶液, $c\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right)=0.03581\text{mol/L}$ 。

称取 3.5116g 预先在 150℃ 烘 1h 并于干燥器中冷却至室温的重铬酸钾基准试剂,用水溶解,移入 1000mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.9 二苯胺磺酸钠指示剂,2g/L。

5 取样和制样

5.1 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 $100\mu\text{m}$ 。如试样中化合水或易氧化物含量高时,其粒度应小于 $160\mu\text{m}$ 。

5.2 预干燥试样的制备

按照 GB/T 6730.1 在 $105^\circ\text{C}\pm 2^\circ\text{C}$ 下干燥试样。

6 分析步骤

6.1 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。

6.2 试料量

称取 0.20g 预干燥试样(见 5.2),精确至 0.0001g 。

6.3 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。

6.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品做验证试验。

6.5 测定

6.5.1 试料分解与滴定

将试料(6.2)置于 300mL 锥形瓶中,加 $1.5\text{g}\sim 2.0\text{g}$ 氟化钠(见 4.1),约 1g 碳酸氢钠(见 4.2), 40mL 盐酸(见 4.3),迅速用带有导管的橡皮塞塞住瓶口,置于电热板上或低温电炉上,导管的一端插入饱和碳酸氢钠溶液(见 4.5)中,加热至沸并保持微沸 $30\text{min}\sim 40\text{min}$ 。取下,立即将导管插入另一瓶饱和碳酸氢钠溶液(见 4.5),流水冷却至室温,取下橡皮塞加入 20mL 饱和硼酸溶液(见 4.6)、 100mL 硫磷混合酸(见 4.4)、5 滴二苯胺磺酸钠指示剂(见 4.9),用重铬酸钾标准溶液(见 4.8)滴定至稳定紫色,记下滴定体积(V)。

6.5.2 空白试验

向随同试料空白试验溶液中依次加入 10.00mL 硫酸亚铁铵溶液(见 4.7)、 20mL 饱和硼酸溶液(见 4.6)、 100mL 硫磷混合酸(见 4.4)、5 滴二苯胺磺酸钠指示剂(见 4.9),用重铬酸钾标准溶液(见 4.8)滴定至稳定紫色,记下滴定体积(V_1),再向溶液中加入 10.00mL 硫酸亚铁铵溶液(见 4.7),用重铬酸钾标准溶液(见 4.8)滴定至稳定紫色,记下滴定体积(V_2),则 $V_1 - V_2$ 即为空白值 V_0 。

7 结果计算

7.1 氧化亚铁含量的计算

按式(1)计算氧化亚铁含量(w_{FeO}),以质量百分数表示:

$$w_{\text{FeO}}(\%) = \frac{(V - V_0) \times 0.002000}{m} \times 1.286 \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V ——滴定试料溶液消耗重铬酸钾标准溶液体积,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白试验消耗重铬酸钾标准溶液体积,单位为毫升(mL);

m ——试料量,单位为克(g);

0.002000 ——每毫升重铬酸钾标准溶液相当于铁的量,单位为克每毫升(g/mL);

1.286——Fe(Ⅱ)换算成 FeO 的系数。

7.2 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。

8 允许差

分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 氧化亚铁含量的允许差

%(质量分数)

氧化亚铁含量	允许差
20.00~30.00	0.40
>30.00~40.00	0.50

9 试验报告

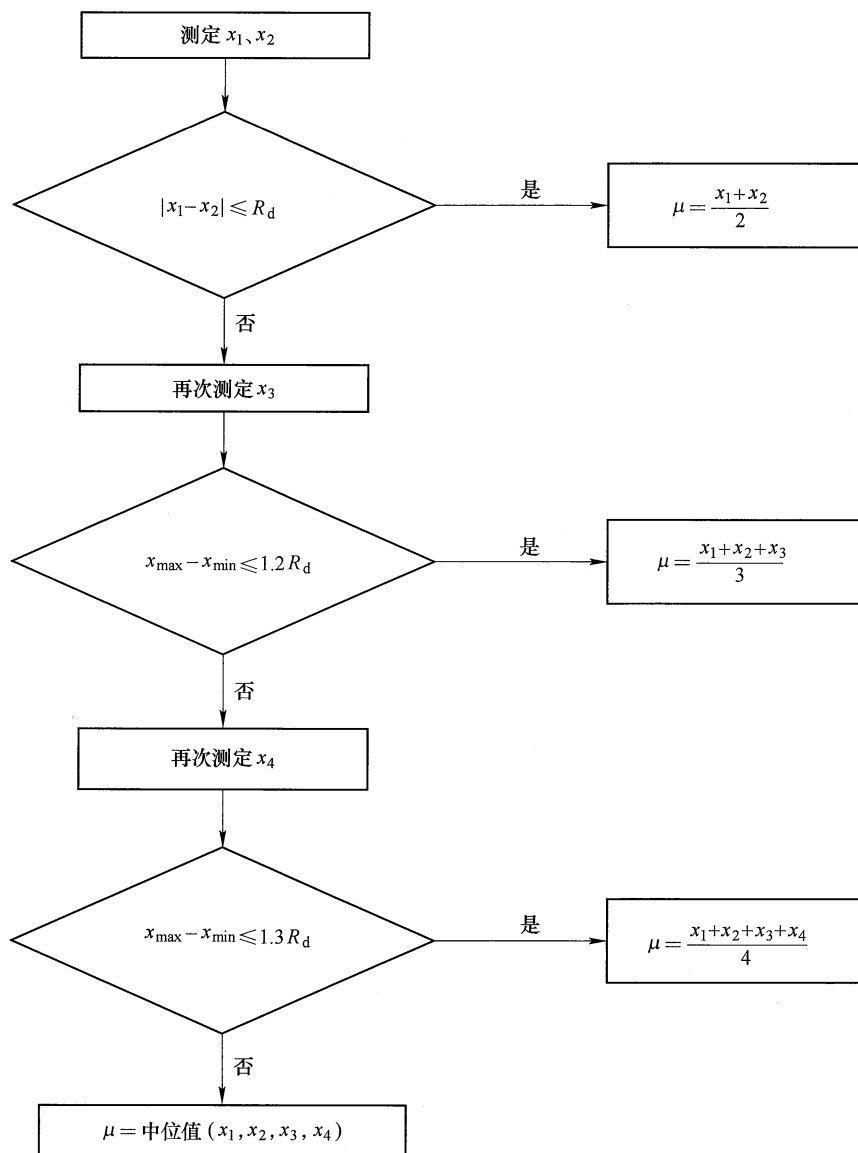
试验报告应包括下列信息:

- 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) 氧化亚铁含量的测定
重铬酸钾滴定法
YB/T 159.3—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 14 千字
2015年9月第一版 2015年9月第一次印刷

*

统一书号:155024·0752 定价:25.00元

155024·0752



9 715502 407523 >