

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 514.2—2009
代替 YS/T 514.2—2006

高钛渣、金红石化学分析方法 第2部分：全铁量的测定 重铬酸钾滴定法

Methods for chemical analysis of high titanium slag and rutile—
Part 2: Determination of total iron content—
Potassium dichromate titration

2009-12-04 发布

2010-06-01 实施



中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

YS/T 514《高钛渣、金红石化学分析方法》分为 10 个部分：

- 第 1 部分：二氧化钛量的测定 硫酸铁铵滴定法；
- 第 2 部分：全铁量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 3 部分：硫量的测定 高频红外吸收法；
- 第 4 部分：二氧化硅量的测定 称量法、钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：氧化铝量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 6 部分：一氧化锰量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：氧化钙、氧化镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：磷量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 9 部分：氧化钙、氧化镁、一氧化锰、磷、三氧化二铬和五氧化二钒量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 10 部分：碳量的测定 高频红外吸收法。

本部分为 YS/T 514 的第 2 部分。

本部分代替 YS/T 514.2—2006《高钛渣、金红石化学分析方法 重铬酸钾容量法测定全铁量》。

本部分与 YS/T 514.2—2006 相比，主要变化如下：

- 测定范围从 1.00%~15.00% 调整为 0.40%~15.00%；
- 增加了重复性限和质量保证与控制条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分负责起草单位：遵义钛业股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：金川集团有限公司、抚顺钛业有限公司。

本部分主要起草人：向伦强、赵以容、白淑筠、庄军、喻生洁、马玉萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4102.2—1983；
- YS/T 514.2—2006。

高钛渣、金红石化学分析方法

第2部分：全铁量的测定

重铬酸钾滴定法

1 范围

YS/T 514 的本部分规定了高钛渣、金红石中全铁量的测定。

本部分适用于高钛渣、金红石中全铁量的测定。测定范围：0.40%~15.00%。

本部分不适用于含铜量大于1.5%的试样中全铁量的测定。

2 方法提要

试料以过氧化钠熔融，在盐酸介质中，以氯化亚锡分解钛与过氧化氢生成的络合物，同时将大部分铁(Ⅲ)还原为铁(Ⅱ)。以钨酸钠为指示剂，用三氯化钛还原剩余的铁(Ⅲ)，进一步将钨酸根还原至生成钨蓝，然后滴加重铬酸钾溶液至蓝色消失。加入硫酸-磷酸混合酸，以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准滴定溶液滴定。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅确认使用分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.1 过氧化钠。

3.2 盐酸(1+1)。

3.3 盐酸(1+4)。

3.4 硫酸-磷酸混合酸：将150 mL硫酸(ρ 1.84 g/mL)徐徐注入700 mL水中，冷至室温，加入150 mL磷酸(ρ 1.70 g/mL)，混匀。

3.5 氯化亚锡溶液：称取10 g氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于10 mL热盐酸(ρ 1.19 g/mL)中，以水稀释至100 mL。过滤。用时现配制。

3.6 高锰酸钾溶液(25 g/L)。

3.7 钨酸钠溶液：称取25 g钨酸钠($\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于适量水中，加10 mL磷酸(ρ 1.70 g/mL)，用水稀释至100 mL。过滤。

3.8 三氯化钛溶液：取1份三氯化钛溶液(市售)和9份盐酸(5+95)混匀。加一层液体石蜡保护。

3.9 二苯胺磺酸钠溶液(2 g/L)。

3.10 硫酸亚铁铵溶液(约0.03 mol/L)：称取11.8 g硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ ，溶于硫酸(5+95)中，移入1 000 mL容量瓶中，再以硫酸(5+95)稀释至刻度。混匀。

3.11 重铬酸钾标准滴定溶液 A($c_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}=0.002\,500\text{ mol/L}$)：称取1.470 9 g基准试剂重铬酸钾(预先在150℃烘2 h，并置于干燥器中冷却至室温)，溶于适量水中，移入2 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度。混匀。

3.12 重铬酸钾标准滴定溶液 B($c_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}=0.005\,000\text{ mol/L}$)：称取2.941 8 g基准试剂重铬酸钾(预先在150℃烘2 h，并置于干燥器中冷却至室温)，溶于适量水中，移入2 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4 试样

4.1 试样粒度应不大于90 μm 。

4.2 试样需预先在 105℃~110℃烘 2 h,置于干燥器中,冷却至室温。

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.2 g 试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 测定次数

做 3 份试料的平行测定,取其平均值。

5.3 空白试验

5.3.1 将试料(5.1)置于刚玉坩埚中,加入 4 g 过氧化钠(3.1),盖上坩埚盖并稍留缝隙,置于电炉上烘烤至熔剂呈焦黄色,移入 750℃~800℃高温炉中熔融 4 min~6 min。取出,冷却。用滤纸擦净坩埚外壁,置于 300 mL 烧杯中,盖上表面皿,沿杯嘴加入 30 mL 水,待熔块全部溶解后,用水洗净坩埚及盖,取出。将溶液煮沸 3 min,取下,冷却。加入 40 mL 盐酸(3.2),加水稀释至 100 mL~150 mL,加入 10 滴钨酸钠溶液(3.7),滴加三氯化钛溶液(3.8)至溶液呈蓝色,立即用重铬酸钾标准滴定溶液(3.11)滴定至无色,不计读数。

5.3.2 加入 5.00 mL 硫酸亚铁铵(3.10)、10 mL 硫酸-磷酸混合酸(3.4)及 2 滴二苯胺磺酸钠溶液(3.9),用与滴定试料溶液时相同的重铬酸钾标准滴定溶液(3.11 或 3.12)滴定至溶液呈现稳定的紫色。记下所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的毫升数(a),重复加入 5.00 mL 硫酸亚铁铵溶液(3.10),仍用重铬酸钾标准滴定溶液(3.11 或 3.12)滴定,直至所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液(3.11 或 3.12)体积为恒定值(b)时,则空白试验所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液(3.11 或 3.12)体积 V_0 为 a 值与 b 值之差。

5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于已盛有 3 g 过氧化钠(3.1)的 30 mL 刚玉坩埚中,再覆盖 1 g 过氧化钠,盖上坩埚盖并稍留缝隙,置于电炉上烘烤至熔剂呈焦黄色,移入 750℃~800℃高温炉中熔融 4 min~6 min。取出,冷却。

5.4.2 用滤纸擦净坩埚外壁,置于 300 mL 烧杯中,盖上表面皿,沿杯嘴加入 40 mL 盐酸(3.2),待熔融物全部溶解后,用少量盐酸(3.3)洗涤坩埚及盖,再用水洗净,取出。

5.4.3 将溶液(5.4.2)加热至近沸,在搅拌下滴入氯化亚锡溶液(3.5)至溶液呈浅黄色,然后滴加高锰酸钾溶液(3.6)使溶液黄色稍变深。冷却至 35℃以下,加水稀释至体积为 100 mL~150 mL。

5.4.4 加入 10 滴钨酸钠溶液(3.7),滴加三氯化钛溶液(3.8)至溶液呈蓝色(当试样中含 0.2 mg~3.0 mg 铜时,三氯化钛溶液应加至溶液呈较深蓝色,然后将溶液放置至蓝色消失,溶液呈无色并保持 5 s~10 s,不再用重铬酸钾标准滴定溶液氧化),立即用重铬酸钾标准滴定溶液(3.11)滴定至无色(如果溶液不呈无色,系氯化亚锡溶液加入量不足,测得的铁量偏低,需重新分析)。

5.4.5 立即加入 10 mL 硫酸-磷酸混合酸(3.4)及 2 滴二苯胺磺酸钠溶液(3.9),用重铬酸钾标准滴定溶液(试料中全铁量小于 7.50%时,用重铬酸钾标准滴定溶液 A(3.11)滴定;试料中全铁量为 7.50%~15.00%时,用重铬酸钾标准滴定溶液 B(3.12)滴定)滴定至溶液呈现稳定的紫色。

6 分析结果的计算

全铁量以全铁的质量分数 $w_{\Sigma\text{Fe}}$ 计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w_{\Sigma\text{Fe}} = \frac{c(V - V_0) \times 6 \times 55.85 \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

V ——滴定试液中所消耗的重铬酸钾标准滴定溶液的体积,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摩尔浓度,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 ——试料质量,单位为克(g)。
计算结果表示到小数点后两位。

7 精密度

7.1 重复性

在重复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:

表 1

铁的质量分数/%	0.47	2.41	6.22
重复性限(r)/%	0.075	0.147	0.156

7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

全铁量/%	允许差/%
0.40~1.00	0.08
>1.00~2.00	0.12
>2.00~4.00	0.20
>4.00~10.00	0.30
>10.00~15.00	0.40

8 质量保证与控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品(当前两者没有时,也可用控制标样代替),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因。纠正错误后,重新进行校核。

中华人民共和国有色金属
行 业 标 准
高钛渣、金红石化学分析方法
第 2 部分:全铁量的测定
重铬酸钾滴定法
YS/T 514.2—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字
2010 年 3 月第一版 2010 年 3 月第一次印刷

*

书号: 155066 · 2-20581

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



YS/T 514.2-2009