

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 514.1—2009
代替 YS/T 514.1—2006

高钛渣、金红石化学分析方法 第 1 部分：二氧化钛量的测定 硫酸铁铵滴定法

Methods for chemical analysis of high-titanium slag and rutile—
Part 1: Determination of titanium dioxide content—
Ferric ammonium sulfate 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 1 部分。

本部分代替 YS/T 514.1—2006《高钛渣、金红石化学分析方法 硫酸铁铵容量法测定二氧化钛量》。

本部分与 YS/T 514.1—2006 相比，主要变化如下：

- 加入的过氧化钠不变，但预先加入的量由 2 g 调整为 3 g，试料上覆盖的量由 2 g 调整为 1 g；
- 称样量由 0.200 0 g 调整为 0.100 0 g；
- 增加了钼、钨、铜等干扰元素允许量的规定，重新确定干扰元素锡、铬、钒的允许量；
- 允许差由 0.5% 调整为 0.6%；
- 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：何国普、杨再江、邬月莲、喻生洁、庄军、马玉萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 4102.1—1983；
- YS/T 514.1—2006。

高钛渣、金红石化学分析方法

第 1 部分：二氧化钛量的测定

硫酸铁铵滴定法

1 范围

YS/T 514 的本部分规定了高钛渣、金红石中二氧化钛量的测定。

本部分适用于高钛渣、金红石中二氧化钛量的测定。测定范围： $\geq 70\%$ 。

本部分适用于含铬、钒量不大于 3 mg，钼、钨量不大于 2 mg，锡、铜量不大于 1 mg 的试液中二氧化钛量的测定。

2 方法提要

试料以过氧化钠熔融，用水浸取。在硫酸和盐酸介质中用铝箔将钛(IV)还原为(III)价，在二氧化碳气体保护下，以硫氰酸铵溶液为指示剂。用硫酸铁铵标准滴定溶液滴定。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为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 碳酸氢钠。

3.3 二氧化钛(质量分数 $\geq 99.99\%$)。

3.4 铝箔(质量分数 $\geq 99.5\%$)：将 1 g 铝箔剪成长 3 cm~4 cm、宽约 1 cm 的长方形。

3.5 盐酸($\rho 1.19$ g/mL)。

3.6 盐酸(5+95)。

3.7 硫酸(1+1)。

3.8 碳酸氢钠饱和溶液。

3.9 硫氰酸铵溶液(300 g/L)。

3.10 硫酸铁铵标准滴定溶液

3.10.1 配制：称取 24 g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ ，置于 1 000 mL 烧杯中，加入 500 mL 水、100 mL 硫酸(3.7)，加热溶解，取下，滴加高锰酸钾溶液(0.1 g/L)至呈现微红色，加热煮沸分解过量的高锰酸钾。冷却至室温，转入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

3.10.2 标定：称取 0.100 0 g 二氧化钛(3.3)3 份，分别置于 3 个预先盛有 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(3.1)，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 °C~800 °C 熔融 4 min~6 min。取出，冷却。以下按 5.4.2~5.4.4 进行，并随同做空白试验。

按公式(1)计算硫酸铁铵标准滴定溶液的浓度：

$$c = \frac{m \times 0.9999}{M \cdot (V - V_0)} \times 1000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——硫酸铁铵标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

m ——称取二氧化钛(3.3)的量，单位为克(g)；