

团体标准

T/CSTM XXXXX—202X

钒钛磁铁矿 钛含量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法

**Vanadium Titanium Magnetite ore—The determination of titanium
content—Diantipyrylmethane spectrophotometric method**

(征求意见稿)

202X - XX - XX 发布

202X - XX - XX 实施

中关村材料试验技术联盟

前 言

本文件按照 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》和 GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国材料与试验标准化委员会钒钛综合利用标准化领域委员会（CSTM/FC20）提出。

本文件由中国材料与试验标准化委员会钒钛综合利用标准化领域委员会（CSTM/FC20）归口。

钒钛磁铁矿 钛含量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法

重要提示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件描述了二安替吡啉甲烷分光光度法测定钒钛磁铁矿中钛含量的方法。

本文件适用于钒钛磁铁矿的原矿、精矿、烧结矿、球团矿和尾矿中钛含量的测定，测定范围（质量分数）为 0.50% ~ 9.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6379.1 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第1部分：总则与定义

GB/T 6379.2 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

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6730.1 铁矿石 分析用预干燥试样的制备

GB/T 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

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

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

GB/T 42346 钒钛磁铁矿综合利用 术语和定义

3 术语和定义

GB/T 42346 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

钒钛磁铁矿 vanadium titanium magnetite

以铁、钒、钛元素为主，共生或伴生铬、钴、镍、镓、铈、硫等有价元素的磁性矿石。

[来源：GB/T 42346-2023，3.1]

4 原理

试样经碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融后，盐酸浸取，铁在盐酸介质中被抗坏血酸还原，钛与二安替吡啉甲烷生成黄色络合物，于波长 420nm 测吸光度，计算试料中钛含量。

5 试剂与材料

- 5.1 除另有说明外，分析中仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682-2008 规定的三级及三级以上蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。
- 5.2 混合熔剂：两份无水碳酸钠与一份硼酸在 105℃~110℃烘干后，研细、混匀。
- 5.3 硫酸，1+1。
- 5.4 盐酸，1+1。
- 5.5 抗坏血酸溶液（100 g/L）：用时现配。
- 5.6 二安替吡啉甲烷溶液（50 g/L）：称取 50g 二安替吡啉甲烷，用盐酸（1 mol/L）溶解，以水稀释至 1000 mL，过滤贮存于棕色瓶中。
- 5.7 钛标准储备溶液（500.0 μg/mL）：将二氧化钛（纯度不小于99.99%）在800℃灼烧2 h后冷却至室温，称取0.1669 g置于干燥的250 mL三角瓶中，加入10 g硫酸铵，20 mL浓硫酸，加热至完全溶解，继续加热使硫酸烟冒至瓶口，冷却后，小心用水冲洗三角瓶，将试液转入200mL容量瓶中，用水稀释至刻度摇匀。
- 5.8 钛标准溶液（50.0 μg/mL）：准确移取10.00 mL钛标准溶液（见5.7）于100mL容量瓶，加入10mL硫酸（见5.3），用水稀释至刻度。此溶液1 mL含钛50.0 ug。
- 5.9 钛标准溶液（10.0 μg/mL）：准确移取20.00 mL钛标准溶液（见5.8）于100mL容量瓶，加入10mL硫酸（见5.3），用水稀释至刻度。此溶液1 mL含钛10.0 ug。

6 仪器与设备

- 6.1 容量瓶应符合 GB/T 12806 的规定，分度吸量管应符合 GB/T12807 的规定，单标线吸量管应符合 GB/T12808 的规定。
- 6.2 分光光度计，应符合 GB/T 7729 的规定。
- 6.3 天平，精度为 0.0001g。
- 6.4 刚玉坩埚，30 mL~50 mL。
- 6.5 马弗炉，能加热至 1000℃，并能控制温度波动±30℃。

7 取制样

按照GB/T 10322.1的规定进行试样的采取和制备，粒度应小于100 μm。如试样中化合水或易氧化物含量较高时，其粒度应小于160 μm，并按照GB/T 6730.1中的规定进行干燥。

注：化合水和易氧化物含量的规定见GB/T 6730.1。

8 步骤

8.1 试料

称取试料 0.10 g，精确至 0.0001g。

8.2 测定次数

同一试样（见 8.1），至少独立测定 2 次。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验测定，所用试剂须取自同一试剂瓶。

8.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品。

8.5 测定

8.5.1 试料分解

将试料（见 8.1）置于盛有 3 g~4 g 混合熔剂（见 5.2）的刚玉坩埚中，混匀，再覆盖 1 g 混合熔剂（见 5.2），置于 850 °C ± 10 °C 马弗炉中加热熔融 10 min~15 min 后，缓慢升温至 950 °C 熔融 15 min~20 min，取出冷却，擦净坩埚底部，将坩埚浸没于盛有 50 mL 盐酸（见 5.4）、15 mL 硫酸（见 5.3）的 300 mL 烧杯中，盖上表面皿，低温加热浸取至试料溶解完全，用水洗出表面皿和坩埚，溶液冷却至室温，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀，用中速滤纸干过滤，滤液备用。

8.5.2 显色溶液配制

准确分取 5.00 mL 滤液（8.5.1）于 100 mL 容量瓶中，加入 5 mL 盐酸（见 5.4），20 mL~30 mL 水，10 mL 抗坏血酸溶液（见 5.5），摇匀，放置 5 min 后，加入 10 mL 二安替吡啉甲烷溶液（见 5.6），用水稀释至刻度，摇匀，静置，作为显色溶液备用。

注：当室温在 20 °C 以上时，显色液静置 30 min；当室温在 20 °C 以下时，显色液静置 40 min~60 min。

8.5.3 铬背景溶液配制

含铬试样，准确分取 5.00 mL 滤液（8.5.1）于 100 mL 容量瓶中，除不加入二安替吡啉甲烷溶液，其余按照 8.5.2 操作，作为铬背景溶液备用。

8.5.4 测量

8.5.4.1 移取 8.5.2 的部分溶液至适宜比色皿中，以水作参比，在分光光度计 420 nm 分别测定空白溶液吸光度和显色液吸光度。减去随同空白溶液吸光度，得到试料溶液的净吸光度，从校准曲线上查出相应钛含量。

8.5.4.2 含铬试样，移取 8.5.3 的部分溶液至适宜比色皿中，以水作参比，在分光光度计 420 nm 分别测定空白溶液吸光度、铬背景溶液吸光度、显色液吸光度。减去随同空白溶液吸光度、铬背景溶液吸光度，得到试料溶液的净吸光度，从校准曲线上查出相应钛含量。

8.6 钛系列标准溶液的配制

8.6.1 钛含量在 0.50%~3.00% 的标准溶液

准确移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 钛标准溶液（见 5.9）分别置于一组 100 mL 容量瓶中，加入 6 mL 盐酸（见 5.4），以下按 8.5.2 加入 20 mL~30 mL 水及以后步骤操作。

8.6.2 钛含量在 3.00%~9.00% 的标准溶液

准确移取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钛标准溶液（见 5.8）分别置于一组 100 mL 容量瓶中，加入 6 mL 盐酸（见 5.4），以下按 8.5.2 加入 20 mL~30 mL 水及以后步骤操作。

8.7 标准曲线的绘制

8.7.1 将 8.6.1 的部分显色液移入 3cm 比色皿中，以不加钛标准溶液者为参比液，在分光光度计 420 nm 处测吸光度。以标准溶液的钛含量（ μg ）为横坐标、吸光度（A）为纵坐标绘制标准曲线。

8.7.2 将 8.6.2 的部分显色液移入 1cm 比色皿中，以不加钛标准溶液者为参比液，在分光光度计 420 nm 处测吸光度。以标准溶液的钛含量（ μg ）为横坐标、吸光度（A）为纵坐标绘制标准曲线。

8.8 钛含量的计算

按式（1）计算试样中钛含量 ω_{Ti} ，以质量分数（%）表示。

$$\omega_{Ti} = \frac{m_1}{m \times \frac{V_1}{V} \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——从校准曲线上查得钛量，单位为微克（ μg ）；

m ——试样量，单位为克（g）；

V_1 ——分取试液体积，单位为毫升（mL）；

V ——试液定容体积，单位为毫升（mL）。

8.9 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不大于重复性限 r ，则取算数平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值的绝对值大于重复性限 r ，则按照附录A的规定追加测定次数并确定分析结果。分析结果按GB/T 8170 将数值修约至小数点后三位。

9 精密度

精密度试验数据是2023年由5个实验室对5个水平的钛含量进行共同实验确定，样品信息见附录B中表B.1。每个实验室对每个水平的钛含量在GB/T 6379.1规定的重复性条件下测定3次。共同试验数据按GB/T 6379.2进行统计分析，精密度函数关系式见表2。

表1 精密度函数关系式

钛（质量分数）/%	重复性限 r	再现性限 R
0.5 ~9.00	$r=0.01051+0.018m$	$R=0.0056+0.024m$

10 试验报告

试验报告应包括但不限于下列内容：

- a) 实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本文件编号；
- d) 样品识别必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 结果的测定次数；
- g) 测定过程中存在的任何异常特性以及标准中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附录 A

(规范性)

试样分析值接受程序流程图

试样分析结果接受程序流程图如A.1所示。

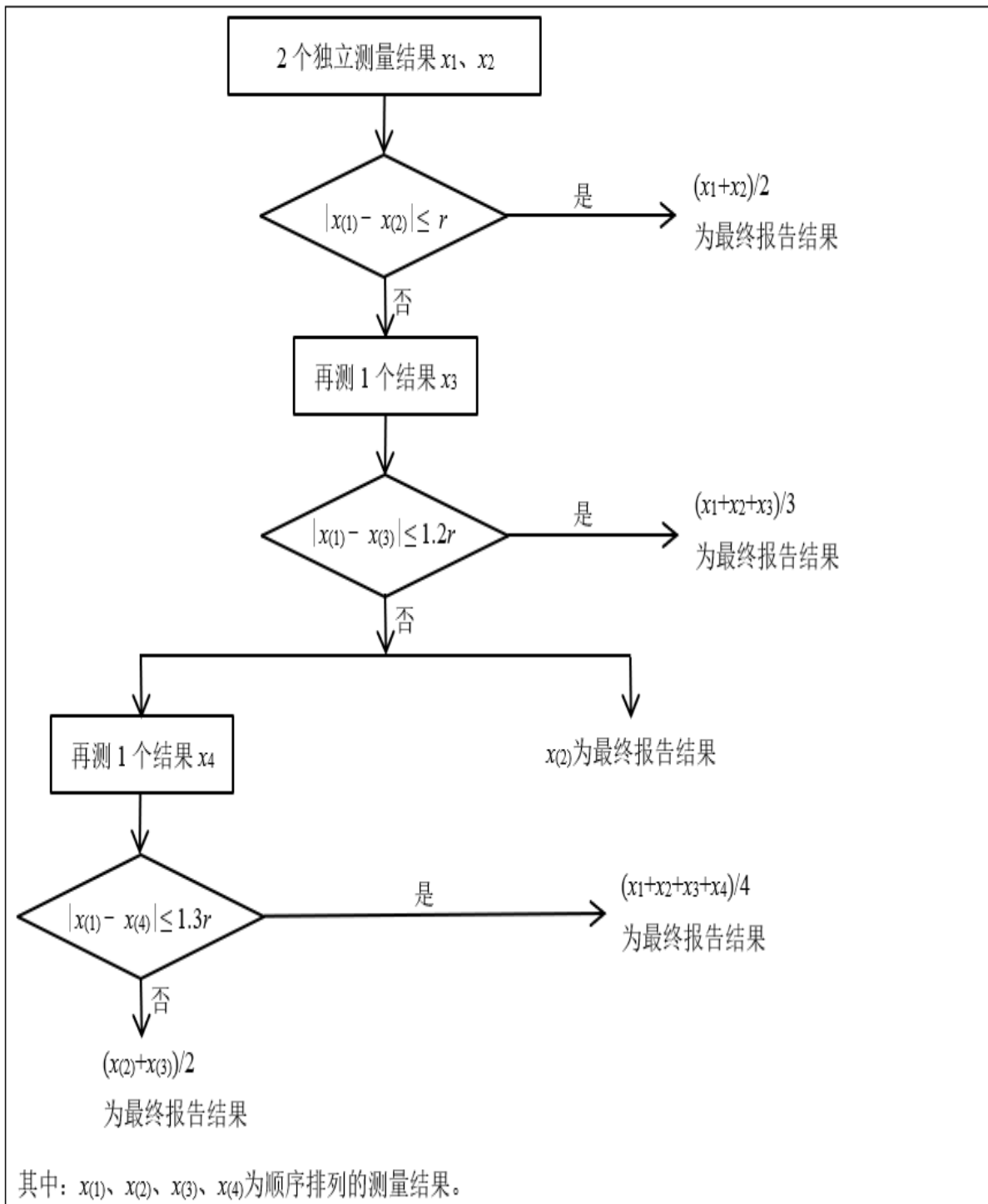


图 A.1 试样分析值接受程序流程图

附录 B

(资料性)

共同精密度试验原始数据

共同精密度试验原始数据见表B.1。

表B.1 精密度试验原始数据

实验室 i	实验室测钛含量（质量分数）/%				
	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1	0.722	1.848	4.433	7.888	8.489
	0.699	1.833	4.478	7.955	8.534
	0.714	1.864	4.544	7.843	8.556
2	0.720	1.855	4.451	7.865	8.387
	0.721	1.851	4.430	7.843	8.408
	0.710	1.834	4.403	7.927	8.428
3	0.715	1.852	4.412	7.902	8.497
	0.727	1.866	4.507	8.027	8.375
	0.724	1.866	4.531	7.972	8.401
4	0.707	1.823	4.355	8.000	8.542
	0.714	1.832	4.428	7.956	8.600
	0.717	1.854	4.355	7.866	8.550
5	0.730	1.880	4.480	7.920	8.405
	0.712	1.850	4.354	7.865	8.482
	0.724	1.832	4.444	7.865	8.553

附录 C
(资料性)
起草单位和主要起草人

本文件起草单位：

本文件主要起草人：
