

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 5285—2011

代替 YB/T 5285—2007

酸溶性钛渣

Sulphate titanium slag

2011-12-20 发布

2012-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准代替 YB/T 5285—2007《酸溶性钛渣》。

本标准与 YB/T 5285—2007 相比,其主要变化为:

——调整了钛渣中低价钛、氧化亚铁及硫含量指标。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C、附录 D 均为规范性附录。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国生铁及铁合金标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:攀枝花钢铁(集团)公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:黄北卫、秦兴华、赵国勇、马勇、吴相权、刘敏、叶云良、王斌、王姜维。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——YB/T 5285—1999;

——YB/T 5285—2007。

酸溶性钛渣

1 范围

本标准规定了酸溶性钛渣的技术要求、试验方法、检验规则以及包装、标志、运输、贮存和质量证明书。

本标准适用于以钛精矿为原料,采用电炉熔炼生产的供硫酸法钛白使用的酸溶性钛渣。

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 4102.1 高钛渣化学分析方法 硫酸铁铵容量法测定二氧化钛含量

GB/T 4102.2 高钛渣化学分析方法 重铬酸钾容量法测定全铁含量

GB/T 4102.3 高钛渣化学分析方法 铋磷钼蓝分光光度法测定磷含量

GB/T 4102.5 高钛渣化学分析方法 燃烧碘量法测定硫含量

GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛

GB/T 6682 实验室用水规格和试验方法

YB/T 5142 冶金矿产品包装、标志、运输、贮存和质量证明书

3 牌号

产品按化学成分分为 TZ74、TZ78、TZ80 三个牌号。

4 技术要求

4.1 化学成分

产品的化学成分(以干渣品位计算)应符合表 1 的规定。

表 1 化学成分

单位为%(质量分数)

牌 号	总钛(以 TiO ₂ 计)	低价钛(以 Ti ₂ O ₃ 计)	FeO	金属 Fe	P
TZ74	72.0~76.0	≤15.5	≥4.0	≤1.50	≤0.05
TZ78	>76.0~80.0	≤25.5	≥4.2	≤1.50	
TZ80	>80.0~84.0	≤30.0	≥4.5	≤1.50	

4.2 产品粒度

产品的粒度,小于 841μm 粒级应不小于 95%。

4.3 产品水分应不大于 1.0%。

4.4 产品外观

产品为灰黑色粉末状物,目视应无杂物。

4.5 需方对产品有特殊要求时,由供需双方商定。

5 试验方法

5.1 总钛的测定按 GB/T 4102.1 的规定进行。

5.2 低价钛的测定按附录 A(规范性附录)的规定进行。

5.3 氧化亚铁的测定

5.3.1 先按 GB/T 4102.2 测定全铁(TFe%)。

5.3.2 再按附录 B(规范性附录)测定金属铁(MFe%)。

5.3.3 然后按公式(1)计算氧化亚铁含量(FeO%)。

$$\text{FeO}\% = \frac{(\text{TFe}\% - \text{MFe}\%) \times 71.85}{55.85} \dots\dots\dots (1)$$

5.3.4 磷的测定按 GB/T 4102.3 的规定进行。

5.3.5 粒度的测定按附录 C(规范性附录)的规定进行。

5.3.6 水分的测定按附录 D(规范性附录)的规定进行。

5.3.7 外观的检验采用目测。

6 检验规则

6.1 产品的质量检验由供方质量检验部门按本标准的规定进行。

6.2 产品应按批检验,每批批量应不大于 300t。

6.3 产品的取样按大包装和小包装进行。

大包装(1000kg/袋)每五袋抽取一袋取份样,份样量不小于 100g,然后合成大样。小包装(40kg/袋)每十袋抽取一袋取份样,份样量不小于 30g,然后合成大样;将合成大样充分混匀,并缩分至不小于 60g。

6.4 检验结果不符合要求时,可取双样进行复验,复验结果如果仍然不符合要求,该批产品判为不合格品。

7 包装、标志、运输、贮存和质量证明书

7.1 产品包装

产品分大包装和小包装。大包装采用柔性集装袋包装,每袋净含量为 1000kg;小包装采用内塑外编或覆膜塑料编织袋包装,每袋净含量为 40kg。用户对包装有特殊要求时,由双方协商。

7.2 产品标志、运输、贮存和质量证明书按 YB/T 5142 的规定执行。

附 录 A
(规范性附录)

酸溶性钛渣中低价钛的测定方法

A.1 范围

本标准规定了滴定法测定低价钛含量的方法。

本标准适用于钛渣中低价钛氧化物含量的测定。测定范围:0.8%~45%。

A.2 方法提要

试样溶液在二氧化碳保护气氛下,用磷酸加热溶解,用硫氰酸铵做指示剂,以三氯化铁标准溶液滴定至血红色为终点,由消耗的三氯化铁标准溶液的毫升数计算低价钛氧化物的含量。

A.3 试剂

A.3.1 盐酸(ρ 1.19g/mL)

A.3.2 盐酸溶液(10%)

A.3.3 硫酸(ρ 1.84g/mL)

A.3.4 硫酸溶液(1+4)

A.3.5 磷酸(ρ 1.69g/mL)

A.3.6 硫磷混合酸:量取 600mL 水放入到一个 1000mL 烧杯中,加入 150mL 硫酸(A.3.3)和 150mL 磷酸(A.3.5),轻轻搅动,冷却溶液到室温,移入 1000mL 试剂瓶中。

A.3.7 重铬酸钾标准溶液(c 1/6 $K_2Cr_2O_7$ = 0.05mol/L)

A.3.7.1 重铬酸钾再结晶:取 250g 重铬酸钾放入一个 400mL 烧杯中,加入 150mL 水搅拌并加热。将它倒在一个水冷容器中。用多孔玻璃滤布漏斗过滤带结晶沉淀的溶液到一个平底烧瓶中。在温度(105±5)℃下干燥结晶体(2.5~3)h,碾磨。在温度(190±10)℃下干燥重铬酸钾直到质量保持恒定。

A.3.7.2 准确称取 2.4500g 再结晶重铬酸钾置于 1000mL 烧杯中,加 600mL 水溶解,移入 1000mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,摇匀。

A.3.8 二苯胺磺酸钠溶液(0.5%)称取 0.5g 二苯胺磺酸钠溶于 100mL 热蒸馏水或乙醇(1:1)中。

A.3.9 氯化汞溶液(4%):称取 20g 氯化汞置于烧杯中,用水浸润成稀粥状,加入 100mL 盐酸溶液(A.3.2),过滤溶液,使它蒸发直到出现一层透明的膜,让它结晶。

A.3.10 三氯化铁标准溶液(0.05mol/L)

A.3.10.1 称取 14.3g 三氯化铁($FeCl_3 \cdot 6H_2O$, AR),溶于 100mL~150mL 水中,过滤于 1000mL 容量瓶中,加入 10mL 盐酸(A.3.1),以水稀释至刻度,摇匀。溶液放置 5 天标定。

A.3.10.2 移取 10mL 三氯化铁溶液(A.3.10.1)置于 250mL 三角瓶中,加 50mL 水、10mL 盐酸(A.3.1),煮沸,趁热滴加氯化亚锡(A.3.12)溶液至黄色消失,并过量 1 滴~2 滴,冷却后加水约 70mL,加 10mL 氯化汞溶液(A.3.9),放置 3min,加入 20mL 硫磷混合酸(A.3.6),加 3 滴二苯胺磺酸钠指示剂溶液(A.3.8),用重铬酸钾标准溶液(A.3.7.2)滴定至溶液成稳定紫色为终点,记下所消耗的重铬酸钾标准溶液体积 V 。在处理测量结果过程中,使用从 3 次~5 次测量中获得的校正系数算术平均值。

三氯化铁溶液的校正系数按下式计算:

$$K = \frac{V_1}{V_2} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

K ——三氯化铁溶液的校正系数;

V_1 ——滴定消耗的重铬酸钾标准溶液体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——三氯化铁溶液的容积,单位为毫升(mL)。

A.3.11 硫氰酸铵溶液(20%)

A.3.12 氯化亚锡(20%)

A.4 试验装置

圆锥形圆底烧瓶,底部开口,有一个塞子,上面插了两根管子,用做气体的入口和排放口。

A.5 试样

A.5.1 制备要求

环境温度:(293 ± 2)K, (20 ± 2)°C;

环境空气相对湿度:(20 ± 2)°C 时湿度 80%;

室内不允许设置机械振动设备(不能振动、摇摆)。

A.5.2 试样制备

所用分析试样全部通过 0.125mm 标准试验筛,并预先退磁,于 $105^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 下干燥,储存于干燥器内,冷却至室温。

A.6 分析步骤

A.6.1 测定数量

同一试样,在同一实验室,应由同一操作者进行 2 次~4 次独立测定。

A.6.2 试样量

称取 0.20g 试样,准确至 0.0001g。

A.6.3 空白试验

随同试料做空白试验,所用试剂必须取自同一试剂瓶。

A.6.4 校正试验

随同试料分析同类型(制分析步骤相一致)的标准样品。

A.6.5 测定

A.6.5.1 试料的分解

将称取的试样置于锥形烧瓶中,加 35mL 磷酸溶解。

A.6.5.2 用一个带双玻璃管的塞子塞住瓶口,从一个口通入纯净气体(氩气或二氧化碳),另一个短口供气体从瓶中逸出。

A.6.5.3 放置 15min~20min,此时保护气体以 50mL/min~60mL/min 速度置换空气。这种条件下瓶内形成保护气氛的可以防止低价钛氧化。

A.6.5.4 加热样品溶液 30min~35min,使样品溶解。

A.6.5.5 冷却样品溶液,加 50mL 硫酸溶液(A.3.4),然后再次冷却到室温。停止供气,加入 20mL 硫氰酸铵溶液(A.3.11),用三氯化铁溶液(A.3.10)滴定至溶液变成血红色为终点。记下所消耗的三氯化铁标准溶液体积 V_3 。

A.7 分析结果的计算

结果按公式(A.2)计算。

$$\text{Ti}_2\text{O}_3\% = \frac{C \cdot V_3 \cdot K \times 143.74}{m \times 1000 \times 2} \times 100 \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

C ——氯化铁标准溶液浓度;

V_3 ——滴定消耗的三氯化铁溶液体积,单位为毫升(mL);

K ——氯化铁标准溶液的校正系数;

m ——称取的试样量,单位为克(g)。

A.8 允许误差

两个平行测定结果的差值应不大于0.40%。

附录 B
(规范性附录)
酸溶性钛渣中金属铁的测定方法

B.1 范围

本标准规定了滴定法测定金属铁含量的方法。

本标准适用于钛矿和钛渣中金属铁含量的测定。测定范围:0.10%~10.0%。

B.2 方法提要

试样中加入硫酸铜溶液,在加热条件下,样品中的金属铁置换硫酸铜溶液中的铜,使金属铁以离子形式进入溶液,以重铬酸钾滴定法测定铁的含量,即为样品中金属铁的含量。

B.3 试剂

B.3.1 硫酸(ρ 1.84g/mL)

B.3.2 硫酸溶液(1+3)

B.3.3 硫酸铜溶液(10%)

B.3.4 磷酸(ρ 1.69g/mL)

B.3.5 二苯胺磺酸钠溶液(0.5%)

B.3.6 重铬酸钾标准溶液(c 1/6 $K_2Cr_2O_7$ =0.05mol/L)

B.4 试样

所用分析试样全部通过 0.063mm 标准试验筛,于 105℃ \pm 5℃下干燥至恒重,储存于干燥器内,冷却至室温。

B.5 分析步骤

B.5.1 测定数量

同一试样,在同一实验室,应由同一操作者进行 2 次~4 次独立测定。

B.5.2 试样量

称取 0.20g 试样,准确至 0.0001g。

B.5.3 空白试验

随同试料做空白试验,所用试剂必须取自同一试剂瓶。

B.5.4 校正试验

随同试料分析同类型(制分析步骤相一致)的标准样品。

B.5.5 测定

B.5.5.1 试料的分解

将称取试样置于 250mL 锥形瓶中,加入 25mL 硫酸铜溶液和 25mL 水。

B.5.5.2 用两管塞子塞住瓶口。纯二氧化碳气流或惰性气体从管中流出,流速为(90~100)mL/min,进入瓶中的气体和样品杯上形成的气体用于阻止样品氧化。

B.5.5.3 将锥形瓶转移至电炉上加热,使样品溶解,继续加热至沸腾,并在二氧化碳气氛中持续沸腾 15min~20min。

B.5.5.4 将溶液冷却。沉淀过滤,用热水洗涤沉淀4次~5次。

B.5.5.5 加入20mL硫酸溶液(B.3.2),15mL磷酸(B.3.4),3滴~4滴二苯胺磺酸钠溶液(B.3.5),用重铬酸钾(B.3.6)滴定至溶液呈蓝色。

B.6 分析结果的计算

测定结果按公式(B.1)计算。

$$\text{MFe}\% = \frac{C \cdot V \times 55.85}{m \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

式中:

C——重铬酸钾标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V——滴定中所消耗的重铬酸钾标准溶液体积,单位为毫升(mL);

m——试样质量,单位为克(g)。

B.7 允许差

两个平行测定结果的差值应不大于0.20%。

附录 C
(规范性附录)

酸溶性钛渣中粒度的测定方法

C.1 范围

本标准规定了筛分法测定粒度的方法。
本标准适用于钛渣粒度的测定。

C.2 方法提要

试样在规定条件下通过要求规格的试验筛,筛下物在样品中的百分含量,即为粒度的测得值。

C.3 仪器

- C.3.1 金属丝编织网试验筛(841 μ m)。
- C.3.2 烘箱(温度 105 \pm 5 $^{\circ}$ C)。
- C.3.3 托盘天平(精度为 0.1g)。

C.4 分析步骤

- C.4.1 称取试样 200.0g,倒入(841 μ m)试验筛(C.3.1)内,用一只手握筛子,使其倾角为 10 $^{\circ}$ ~20 $^{\circ}$ (手握在筛子低倾的一端),并将筛子浸入水中至筛框上沿略高于水面。
- C.4.2 用另一只手轻拍筛框,每分钟约 60 次(每拍打 30 次,应将筛子放平,水平转动 90 $^{\circ}$),直至以肉眼观察集水槽中的水完全澄清为止,再冲洗两至三遍。
- C.4.3 将筛连同试样放在烘箱(C.3.2)内,烘干至恒重,取出,稍冷后,收集并用托盘天平(C.3.3)称量筛面上的筛上物质量。

C.5 分析结果的计算

测定结果按公式(C.1)计算。

$$\text{粒度}(\%) = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

- m ——试样总重量,单位为克(g);
- m_1 ——筛上试样重量,单位为克(g)。

C.6 允许差

两个平行测定结果的差值应不大于 0.5%。

附录 D
(规范性附录)
酸溶性钛渣中水分的测定方法

D.1 范围

本标准规定了 105℃ 下水分含量测定的方法提要、试验仪器和设备, 试验步骤、试验结果计算及误差。

本标准适用于钛渣 105℃ 时水分的测定。

D.2 方法提要

称取一定质量的试样置于干燥箱内, 在 105℃ 下干燥至恒量, 其失去的质量占干燥前试样质量的质量分数作为水分含量。

D.3 试剂

D.3.1 变色硅胶: 工业纯;

D.3.2 无水氯化钙: 化学纯, 粒状。

D.4 仪器与设备

D.4.1 称量瓶: 直径 40mm, 高 25mm, 并附有严密封口的磨口瓶。

D.4.2 干燥箱: 带有自动调温装置, 温度可控制在 105℃~110℃ 恒温。

D.4.3 分析天平: 感量 0.0001g。

D.4.4 干燥器: 内装有变色硅胶或粒状无水氯化钙。

D.5 试样

取样应使用磨口瓶或多层防水保护试样袋。

D.6 试验步骤**D.6.1 测定数量**

同一试样, 在同一实验室, 应由同一操作者进行 2 次独立测定。

D.6.2 试样量

称取 10g 试样, 准确至 1g。

D.6.3 试样的准备

打开称量瓶的盖子, 放 105℃±2℃ 烘箱中烘 2h, 放入干燥中冷却, 盖上盖子, 称量准确至 1mg, 在称量瓶的底部均匀地铺放 10g±1g 的样品层, 盖上盖子, 称量准确至 1mg。

D.6.4 测定

移去称量瓶盖, 将称量瓶和样品 105℃±2℃ 烘箱中至少烘 1h, 在干燥器中冷却, 盖上盖子, 称量(准确至 1mg), 再次加热至少 30min, 在干燥器中冷却, 盖上盖子, 再称量, 准确至 1mg, 重复操作直至连续两次称量的差值不超过 5mg, 记录较低的称量值。

如果两份样品测定差值超过较高值的 10%, 则需要重新测定。

D.7 分析结果的计算

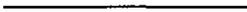
测定结果按公式(D.1)计算。

$$W_s = \frac{G - G_1}{G} \times 100 \dots\dots\dots (D.1)$$

式中：

G ——干燥前试样的质量,单位为克(g);

G_1 ——干燥后试样的质量,单位为克(g)。



中华人民共和国黑色冶金
行 业 标 准

酸溶性钛渣

YB/T 5285—2011

*

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

三河市双峰印刷装订有限公司印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 26 千字
2012 年 3 月第一版 2012 年 3 月第一次印刷

*

统一书号:155024·379 定价:30.00 元