

# 团体标准

T/CSTM 00378—2021

---

## 钒钛磁铁矿 五氧化二钒含量的测定 磷钨钒酸分光光度法

Vanadium Titanium Magnetite ore—The determination of vanadium  
pentoxide content—Phosphatic tungstic vanadic acid spectrophotometric  
method

2021-10-26 发布

2021-11-26 实施

中关村材料试验技术联盟

发布

全国标准信息公共服务平台  
CSTM标准发布使用

## 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》给出的规则起草。

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团体标准委员会钒钛综合利用领域委员会（CSTM/FC20）提出。

本文件由中国材料与试验团体标准委员会钒钛综合利用领域委员会（CSTM/FC20）归口。

全 国 标 准 发 布 使 用

# 钒钛磁铁矿 五氧化二钒含量的测定 磷钨钒酸分光光度法

**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

本文件描述了采用磷钨钒酸分光光度法测定钒钛磁铁矿中五氧化二钒的含量。

本文件适用于钒钛磁铁矿的原矿、精矿、烧结矿、球团矿和尾矿中五氧化二钒含量的测定，测定范围（质量分数）为 0.05% ~ 0.80%。

## 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 6682-2008 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 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 单刻度容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度移液管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

## 3 术语及定义

下列术语和定义适用于本文件。

**钒钛磁铁矿** vanadium titanium magnetite ore

一种以含铁、钒、钛为主的多金属元素共生的复合矿。其铁钛紧密共生，大部分钒与铁矿物以类质同象赋存于钛磁铁矿中。

## 4 原理

试料经碱熔融后用水浸取，铁、钛及大部分杂质被沉淀过滤分离，钒、铬进入溶液。以硫酸中和，在硫酸介质中，五价钒与磷酸、钨酸钠形成黄色可溶性磷钨钒杂多酸，于分光光度计 430 nm 波长处测定吸光度。

## 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 过氧化钠。
- 5.3 过氧化氢，30%。
- 5.4 氢氧化钠，20 g/L。
- 5.5 硫酸，1+1。
- 5.6 磷酸，1+1。
- 5.7 钨酸钠溶液，160 g/L。过滤后使用。
- 5.8 亚硫酸钠溶液，30 g/L。
- 5.9 高锰酸钾溶液，10 g/L。
- 5.10 尿素溶液，160 g/L。
- 5.11 亚硝酸钠溶液，10 g/L。
- 5.12 五氧化二钒标准溶液，100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。称取0.1000 g预先于110  $^{\circ}\text{C}$ 烘干至恒重的五氧化二钒（纯度不低于99.99%）置于250 mL烧杯中，加入25 mL氢氧化钠溶液（见5.4），加热至完全溶解。用硫酸（见5.5）中和至中性并过量20 mL，加水溶解盐类后冷却至室温，移入1000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度摇匀。

## 6 仪器与设备

- 6.1 容量瓶应符合 GB/T 12806 要求，分度吸量管应符合 GB/T12807 要求，单标线吸量管应符合 GB/T12808 要求。
- 6.2 分光光度计，应符合 GB/T 7729 的规定
- 6.3 天平，感量 0.1 mg。

## 7 取制样

按照GB/T 10322.1的规定进行试样的采取和制备，试样应全部通过0.125 mm筛孔，并按照GB/T 6730.1中的规定进行干燥。

## 8 步骤

### 8.1 测定次数

同一试样（见 8.2），至少独立测定 2 次。

### 8.2 试料

按表 1 称取试样，准确至 0.1 mg。

表 1 试料量

五氧化二钒（质量分数）/%	称样量/g
0.05~0.30	0.500
0.30~0.80	0.250

### 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国家实物标准。

## 8.5 测定

### 8.5.1 试料分解

将试料(见 8.2)置于预先盛有 3 g 过氧化钠(见 5.2)垫底的刚玉坩埚中,混匀,再覆盖 2 g 过氧化钠(见 5.2),置于 650 °C 高温马弗炉中烧结 10min,缓慢升温至 800 °C 熔融 10 min~15 min,取出冷却。冷却后擦净坩埚底部,放进 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,盖上表皿,以 80 mL 热水浸取,加入 0.50 mL 过氧化氢(见 5.3)。在电热板低温区加热至微沸,并保持 5 min。取下烧杯冷却至室温,用水冲洗表皿,洗出坩埚。试液移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤。

### 8.5.2 分液及处理

准确分取滤液 50.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中,逐滴加入硫酸(见 5.5),调至白色铝沉淀出现并刚好完全消失。

### 8.5.3 显色、测量

8.5.3.1 加入 3.0 mL 硫酸(见 5.5),摇匀,加入 3.0 mL 磷酸(见 5.6),2.0 mL 钨酸钠溶液(见 5.7),摇匀。用少量水冲洗瓶颈四周,以水稀释至刻度,摇匀。室温下放置 30 min。

8.5.3.2 将部分溶液移入 4 cm 比色皿中,于分光光度计 430 nm 波长处,用水为参比调零,测量其吸光度。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五氧化二钒含量。

8.5.3.3 若试液中含有六价铬时,分取两份 50.00 mL 试液于 100 mL 容量瓶中,用硫酸(见 5.5)调至白色铝沉淀出现并刚好完全消失,加入 3.0 mL 硫酸(见 5.5),摇匀。滴加亚硫酸钠溶液(见 5.8)至黄色退去,并过量 1 滴~2 滴,滴加高锰酸钾溶液(见 5.9)至淡紫红色,过量 2 滴,用少量水冲洗瓶颈四周,充分摇匀,并放置 3 min~5 min。加 3.0 mL 尿素溶液(见 5.10),逐滴加入亚硝酸钠(见 5.11)溶液,并充分摇匀,直至高锰酸钾紫色褪去。向一份试液中加入 3.0 mL 磷酸(见 5.6),2.0 mL 钨酸钠溶液(见 5.7),以水稀释至刻度,摇匀,做为显色溶液。向另一份试液中加入 3.0 mL 磷酸(见 5.6),以水稀释至刻度,摇匀,作为参比溶液。室温下放置 30 min,以参比溶液作为参比,将部分溶液移入 4 cm 比色皿中,于分光光度计波长 430 nm 处测定其吸光度。

## 8.6 校准曲线的绘制

8.6.1 准确移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL、6.00 mL 五氧化二钒标准溶液(见 5.12)分别置于一组 100 mL 容量瓶中,以下按 8.5.3.1 进行。

8.6.2 将部分溶液移入 4 cm 比色皿中,以零浓度为参比,于分光光度计波长 430 nm 处测量各校准溶液吸光度。以五氧化二钒含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

## 9 分析结果及其表示

### 9.1 五氧化二钒含量的计算

按式(1)计算试样中五氧化二钒含量  $\omega_{V_2O_5}$ ,以质量分数(%)表示。

$$\omega_{V_2O_5} = \frac{m_1}{m \times \frac{V_1}{V} \times 10^6} \times 100 \quad \dots \dots \dots (1)$$

式中:

$m_1$ ——从校准曲线上查得五氧化二钒量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

- $m$ ——试样量，单位为克（g）；  
 $V_f$ ——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）。

## 9.2 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不大于重复性限 $r$ ，则取算术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。

## 10 精密度

精密度函数关系式见表 2，各实验室报出的原始数据参见附录 B。

表 2 精密度函数关系式

五氧化二钒（质量分数）/%	重复性限 $r$	再现性限 $R$
0.05 ~ 0.80	$\lg r = -1.3321 + 0.8464 \lg m$	$\lg R = -1.2429 + 0.7859 \lg m$

## 11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 实验室名称和地址；
- 试验报告发布日期；
- 本文件编号；
- 样品识别必要的详细说明；
- 分析结果；
- 结果的测定次数；
- 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。

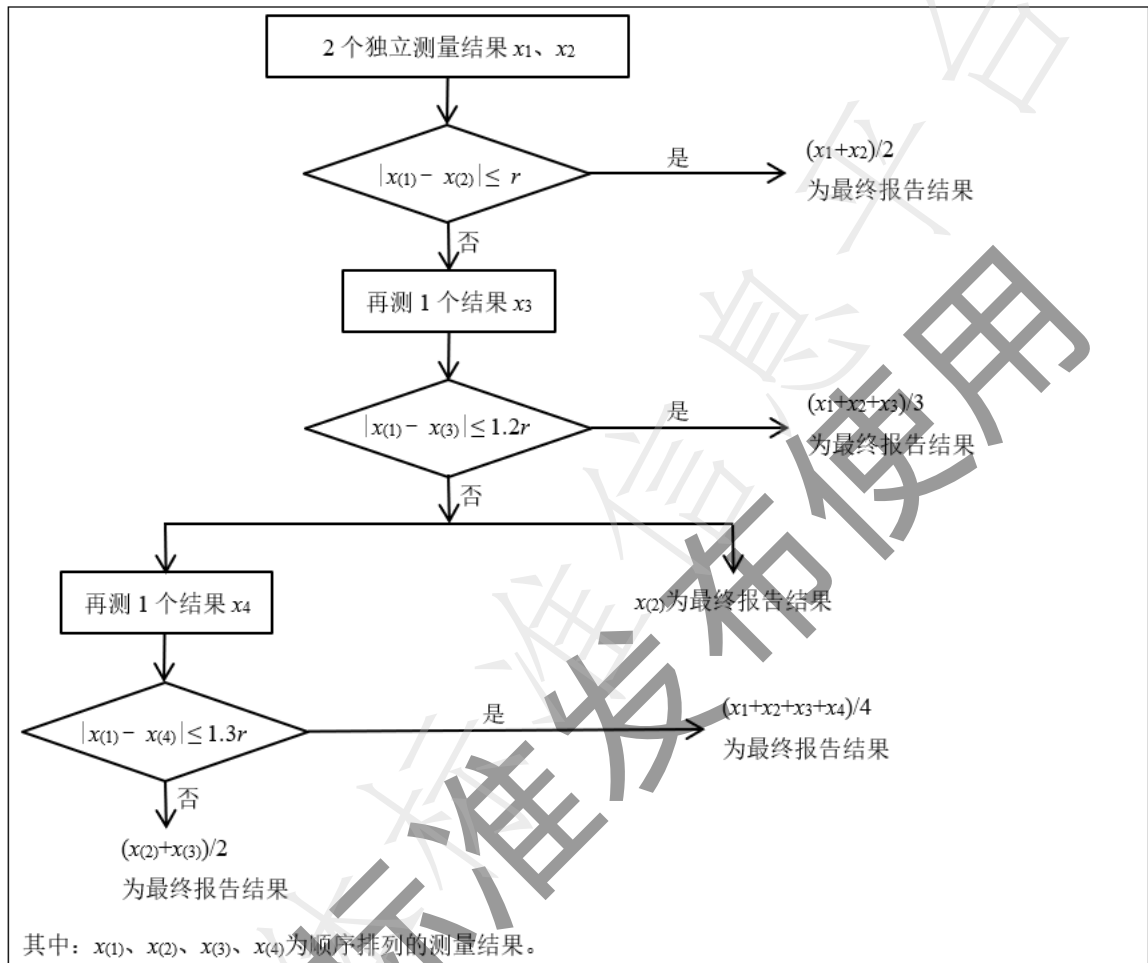


图 A.1 试样分析值接受程序流程图

## 附录 B

(资料性)

## 共同精密度试验原始数据

本文件的精密度试验数据是在2020年由5个实验室对5个水平的五氧化二钒含量进行共同实验确定；每个实验室对每个水平的五氧化二钒含量在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，各实验室报出的原始数据参见表B.1。

表B.1 精密度试验原始数据

实验室 i	实验室测五氧化二钒含量（质量分数）/%				
	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4	水平 5
1	0.0614	0.1016	0.3098	0.5664	0.7933
	0.0589	0.1057	0.3051	0.5743	0.7848
	0.0574	0.0997	0.3131	0.5713	0.7982
2	0.0592	0.1120	0.3140	0.5590	0.7820
	0.0619	0.1050	0.3140	0.5790	0.8230
	0.0578	0.1130	0.3070	0.5610	0.7820
3	0.0614	0.1032	0.3192	0.5721	0.7732
	0.0641	0.1043	0.3241	0.5774	0.7665
	0.0621	0.1052	0.3145	0.5635	0.7883
4	0.0628	0.1112	0.3130	0.5683	0.7485
	0.0614	0.1084	0.3022	0.5764	0.7825
	0.0622	0.1042	0.2981	0.5410	0.7882
5	0.0586	0.1048	0.3255	0.5840	0.7979
	0.0593	0.1060	0.3266	0.5794	0.8041
	0.0599	0.1063	0.3258	0.5803	0.8006

附录 C

(资料性)

起草单位和主要起草人

本文件起草单位：攀钢集团研究院有限公司、四川攀研检测技术有限公司、成都先进金属材料产业技术研究院股份有限公司、攀钢集团攀枝花钢钒有限公司、攀钢集团西昌钢钒有限公司、攀西钒钛检验检测院。

本文件主要起草人：苏洋、汪雪梅、刘力维、杨新能、王凤、周礼仙、周静、陈德、冯宗平 李克明、仲利、罗贵玉、孙浩。

全 国 标 准 发 布 使 用

### 参考文献

- [1] GB/T 6379.1 测试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
- [2] GB/T 6379.2 测试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
- 

全图标准发布使用