

中华人民共和国国家标准

明矾石矿石钛含量的测定 二安替比林甲烷光度法

Alunite ores — Determination of titanium content
— Diantiprylmethane photometric method

UDC 549.762:543
.42:546.821

GB 4581.11—84

调整为: HG/T 2957.11-1984

1 适用范围

本标准规定用二安替比林甲烷络合光度法测定明矾石矿石中0.01~1.00%二氧化钛的含量。

2 有关标准

GB 4581.1—84《明矾石矿石分析方法通则》。

GB 4581.2—84《明矾石矿石分析试样采取和制备方法》。

3 方法提要

试样用酸溶解,溶渣用焦硫酸钾熔融,用水浸取。在1.0~3.0N盐酸介质中,钛离子与二安替比林甲烷形成黄色络合物。在波长420纳米处,克分子吸光系数为 1.02×10^4 ,波长390纳米处,克分子吸光系数为 1.51×10^4 ,二氧化钛在0~0.08毫克/50毫升范围内符合比耳定律。

4 仪器

分光光度计:波长420纳米,2厘米比色皿;波长390纳米,2厘米比色皿。

5 试剂和溶液

5.1 焦硫酸钾(HG 3—921—76)。

5.2 盐酸(GB 622—77)(比重1.19):1+1。

5.3 盐酸:2N。

5.4 硝酸(GB 626—78)(比重1.42):1+1。

5.5 硫酸(GB 625—77)(比重1.84):1+1。

5.6 氢氟酸(GB 620—77)(40%)。

5.7 抗坏血酸:2%(使用时配制)。

5.8 二安替比林甲烷:3%的2N盐酸溶液(5.3)(过滤于棕色瓶中保存)。

5.9 二氧化钛。

5.10 二氧化钛标准溶液。

5.10.1 称取经950℃灼烧1小时的0.1000克二氧化钛(5.9)于铂坩埚中,加入5克焦硫酸钾(5.1),置于马弗炉内,从低温升至450℃,停留十分钟,再升至650℃,熔融15分钟,取出冷却。放入250毫升烧杯中,用硫酸溶液(5.5)100毫升加热浸出熔块(温度不可超过50℃),待全部溶解后,移入1000毫升容量瓶内,用水稀释至500毫升左右,冷却后,再用水稀释至刻度,摇匀。

此溶液每毫升含二氧化钛0.100毫克。

5.10.2 吸取溶液(5.10.1)100毫升于1000毫升容量瓶内,加入硫酸溶液(5.5)90毫升;用水稀

释至500毫升左右，冷却后，再用水稀释至刻度，摇匀。

此溶液每毫升含二氧化钛0.010毫克。

6 测定手续

6.1 标准曲线的绘制

用微量滴定管分别放取二氧化钛标准溶液（5.10.2）0、1.00、2.00、……8.00毫升于50毫升容量瓶中。用水稀释至20毫升左右，加入抗坏血酸溶液（5.7）5毫升，放置5分钟。加入盐酸溶液（5.2）8毫升、二安替比林甲烷溶液（5.8）12毫升，用水稀释至刻度，摇匀。放置30分钟，在分光光度计上于波长420纳米或390纳米处，用2厘米比色皿，测定消光值。以二氧化钛的浓度为横坐标，以相应的吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

6.2 试样分析

称取0.1~0.3克试样于铂坩埚中，用少量水润湿，加入硫酸溶液（5.5）1毫升，氢氟酸（5.6）10毫升、硝酸溶液（5.4）1毫升。放在电热板上加热，并须不时摇动，加热至冒尽硫酸白烟。取下冷却，加入3克焦硫酸钾（5.1）。置于马弗炉内，从低温升至450℃，停留10分钟，再升至650℃熔融10分钟。取出冷却，将坩埚放入150毫升烧杯中，加入盐酸溶液（5.2）15毫升、水15毫升，盖上表面皿，加热浸出熔块，用热水洗出坩埚，并加热使其溶解，待溶液冷却后移入100毫升容量瓶内，用水稀释至刻度，摇匀，干过滤。

吸取5~20毫升滤液，于50毫升容量瓶中，用水稀释至20毫升左右，以下操作同标准曲线的绘制（6.1）。

注：钛的熔矿也可在喷灯上进行。

7 结果的表示和计算

二氧化钛（ TiO_2 ）的百分含量（ X_{11} ）按下列公式计算：

$$X_{11} = \frac{G_1 \times \frac{V_1}{V_2} \times 10^{-3}}{W} \times 100$$

式中： G_1 ——标准曲线上查出的分取试样溶液中二氧化钛的重量，毫克；

V_1 ——测定溶液的总体积，毫升；

V_2 ——分取溶液的体积，毫升；

W ——试样重量，克。

8 容许差

二氧化钛含量，%	容许差（绝对值），%
0.010~0.050	0.008
0.051~0.100	0.02
0.11~0.50	0.04
0.51~1.00	0.06

附加说明：

本标准由中华人民共和国化学工业部提出，由化学工业部化工矿山设计研究院归口。

本标准由化学工业部化工矿山设计研究院负责起草。

本标准主要起草人程懋梅。

自本标准实施之日起，原化学工业部标准HG 1—353—66《明矾石统一分析方法》作废。