

铁矿石化学分析方法

二安替吡啉甲烷光度法测定钛量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.22—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The diantipyrene methane photometric
method for the determination of titanium content

代替 GB 1371—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中钛量的测定。测定范围：0.006~1.20%。
本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用盐酸、硝酸和硫酸分解，然后在1.2~2.5 mol/l 盐酸介质中，加二安替吡啉甲烷，使与钛生成黄色络合物，在波长385 nm处测量其吸光度，借此测定钛量。

2 试剂

- 2.1 焦硫酸钾。
- 2.2 盐酸 (ρ 1.19 g/ml)。
- 2.3 盐酸 (1 + 1)。
- 2.4 盐酸 (1 + 99)。
- 2.5 硝酸 (ρ 1.42 g/ml)。
- 2.6 硫酸 (ρ 1.84 g/ml)。
- 2.7 硫酸 (1 + 1)。
- 2.8 硫酸 (5 + 95)。
- 2.9 硫酸 (1 + 99)。
- 2.10 氢氟酸 (ρ 1.15 g/ml)。
- 2.11 抗坏血酸溶液 (5%)：用时现配。
- 2.12 酒石酸溶液 (10%)。
- 2.13 二安替吡啉甲烷溶液 (3%)：称取30 g二安替吡啉甲烷，用盐酸 (2 mol/l) 溶解，并稀释至1000 ml，过滤贮于棕色瓶中保存。
- 2.14 钛标准溶液：
 - 2.14.1 称取0.0834 g预先在800℃左右灼烧1h的二氧化钛 (99.9%以上) 于铂坩埚中，加5 g焦硫酸钾 (2.1) 在650℃左右熔融至清亮，冷却后将铂坩埚放入400 ml 烧杯中，加50 ml 硫酸 (1 + 9)，加热使熔融物溶解，将坩埚用硫酸 (1 + 9) 洗净，取出。冷至室温移入1000 ml 容量瓶中，用硫酸 (1 + 9) 稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml 含50.0 μ g 钛。
 - 2.14.2 移取50.0 ml 钛标准溶液 (2.14.1)，置于500 ml 容量瓶中，用硫酸 (2.8) 稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml 含5.0 μ g 钛。

3 试样

- 3.1 一般试样粒度应小于100 μ m，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，其粒度应小于160 μ m。

3.2 预干燥不影响试样组成者应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备》进行。

4 分析步骤

4.1 测定数量

同一试样，在同一试验室，应由同一操作者在不同时间内进行2~4次测定。

4.2 试样量

按表1称取试样。

表 1

钛量, %	称样量, g
≤ 0.06	0.5000
0.06 ~ 0.15	0.2500
0.12 ~ 0.30	0.1250
0.30 ~ 1.20	0.1000

4.3 空白试验

4.3.1 随同试样做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶（供补正体积用）。

4.3.2 含铁空白溶液

称取0.25g纯铁随同试样做含铁空白溶液。

4.4 校正试验

随同试样分析同类型（指分析步骤相一致）的标准试样。

4.5 测定

4.5.1 试样的分解

4.5.1.1 将试样（4.2），置于250ml烧杯中，以水润湿，加30ml盐酸（2.2）低温加热分解，然后加5ml硝酸（2.5），继续加热蒸发至小体积，冷后加6ml硫酸（2.6），继续加热至冒三氧化硫白烟约30min，冷后，加20ml盐酸（2.3，含钡试样，不加盐酸）和30ml水，加热使盐类溶解，用慢速滤纸过滤于250ml烧杯中，擦净烧杯，用热盐酸〔（2.4），含钡试样，用热硫酸（2.9）〕洗烧杯及残渣各3次，用热水洗残渣5~6次，滤液作为主液保存。

4.5.1.2 将滤纸连同残渣置于铂坩埚中，灰化，并在800℃左右灼烧10~20min，冷却，加水润湿残渣，加4滴硫酸（2.7）、5ml氢氟酸（2.10）、低温加热蒸发至三氧化硫白烟冒尽，加3g焦硫酸钾（2.1）于650℃左右熔融5~10min，将铂坩埚放入已预先加热的主液中，浸取熔融物，用水洗出铂坩埚，加热使盐类溶解。冷至室温，移入100ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

注：含钡试样需用慢速滤纸干过滤，取清液显色。

4.5.2 显色、测量

移取上述溶液5.00或10.00ml〔钛量不超过40μg，分取5ml时补加5ml空白溶液（4.3.1）〕，置于50ml容量瓶中〔含钡试样，需加5ml酒石酸（2.12）〕加10ml抗坏血酸溶液（2.11），放置5min。然后加10ml盐酸（2.3）、12ml二安替吡啉甲烷溶液（2.13），以水稀释至刻度，混匀。放置20~60min后（室温在20℃以上时放置20min；在20℃以下时放置40~60min），将部分溶液移入3cm比色皿中，取按表2制备的相应的含铁空白溶液为参比，于分光光度计波长385nm处测量其吸光度，从工作曲线

查出相应的钛量。

表 2

显色液含铁量 mg	含铁空白液分取量 ml	补加空白溶液量 ml
25 以上	10.0	0
25 以下	1.00	9.0

注：含铬试样可自同一母液分取二份于两个50 ml 容量瓶中，其中一个不加二安替吡啶甲烷为参比，测其吸光度，并需扣除以水为参比的含铁空白溶液的吸光度。

4.6 工作曲线的绘制

移取0.2.00, 4.00, 6.00, 8.00 ml 钛标准溶液 (2.14.2) 分别置于5个50 ml 容量瓶中，相应加入10.0, 8.00, 6.00, 4.00, 2.00 ml 硫酸 (2.8)，10 ml 抗坏血酸溶液 (2.11)，10 ml 盐酸 (2.3)，12 ml 二安替吡啶甲烷溶液 (2.13)，用水稀释至刻度，混匀，放置20~60 min 后，以试剂空白为参比，于分光光度计波长385 nm 处测量其吸光度。以钛量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

5.1 按式 (1) 计算钛的百分含量：

$$\text{Ti} (\%) = \frac{m_1 \cdot V}{m \cdot V_1 \times 10^6} \times 100 \times K \dots\dots\dots (1)$$

式中： m_1 ——从工作曲线上查得的钛量， μg ；

m ——试样量，g；

V ——试液总体积，ml；

V_1 ——分取试液体积，ml；

K ——由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得的换算系数（如使用预干燥试样，则 $K = 1$ ）， A 是按

GB 6730.3—86《铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量》测定得到的吸湿水质量百分数。

5.2 分析值的验收：

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表3所列的允许差时，则试样分析值有效，否则无效，应重新分析。分析值是否有效首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效分析值之差，不大于表3所列允许差时，则可予以平均，计算为最终分析结果。如二者之差大于允许差时，则应按附录A的规定，进行追加分析和数据处理。

5.3 最终结果的计算：

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第五位，并按数字修约规则的规定修约至小数第三位或第二位。

6 允许差

表 3

%

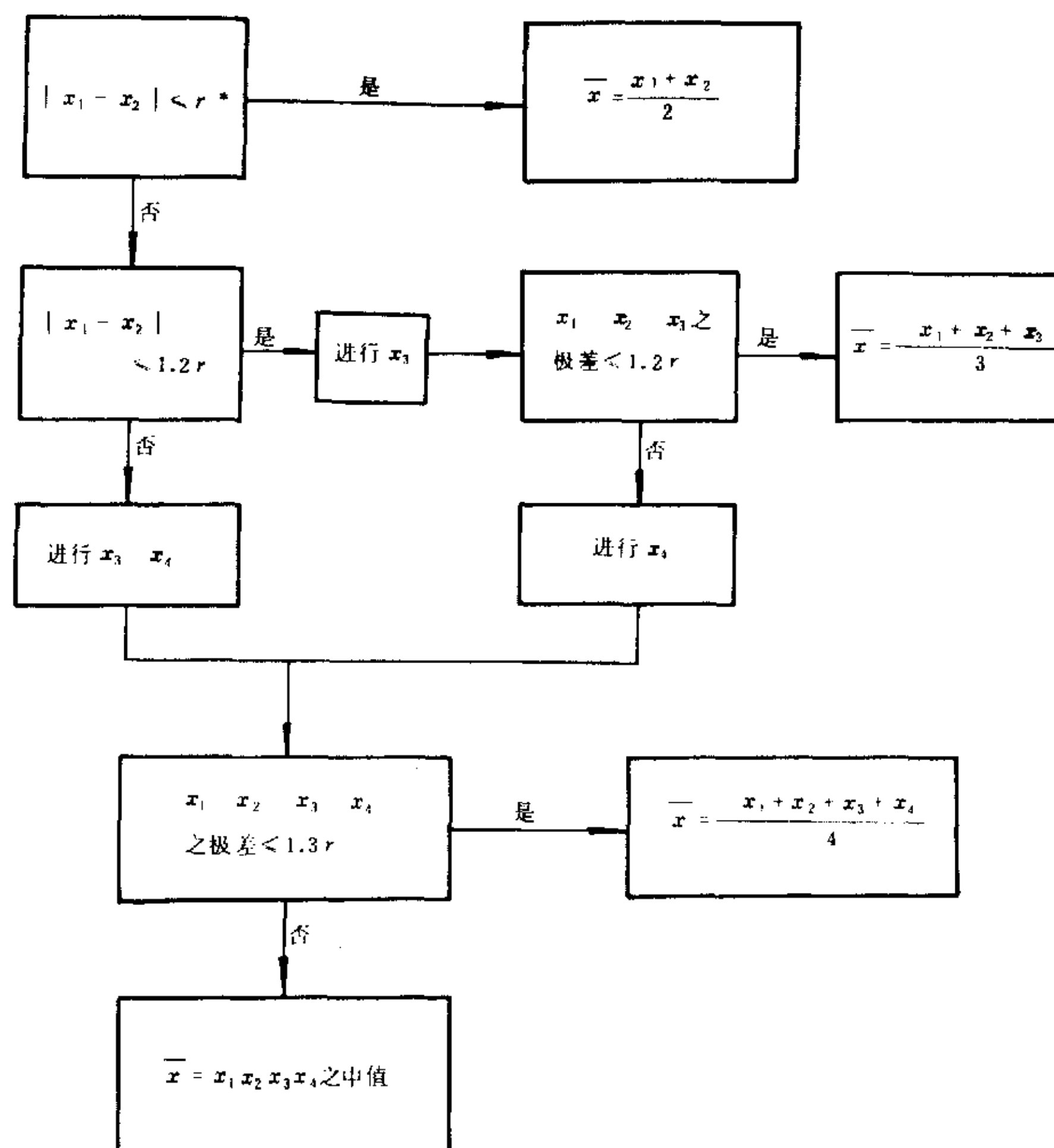
钛 量	标样允许差	试样允许差
0.006~0.030	± 0.002	0.003
>0.030~0.060	± 0.004	0.006
>0.060~0.300	± 0.008	0.012
>0.300~0.600	± 0.017	0.024
>0.600~1.200	± 0.025	0.036

7 氧化物系数

按式(2)计算二氧化钛百分含量:

$$\text{TiO}_2 (\%) = 1.668 \times \text{Ti} (\%) \quad \dots\dots\dots (2)$$

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁公司负责起草。

本标准由鞍钢钢铁研究所起草。

本标准主要起草人谢文秀、孙秀凤。

* r即表3所列允许差。