

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
硫酸铁铵容量法测定钛量

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.23—86

Methods for chemical analysis of iron ores
The ferric ammonium sulfate volumetric
method for the determination of titanium content

代替GB 1371—78

本标准适用于铁矿石、烧结矿、铁精矿和球团矿中钛量的测定。测定范围：1.20～9.00%。
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

试样用过氧化钠熔融，水浸，过滤在适当的酸性溶液中，用铝箔将四价钛还原为三价钛，在保护气氛下，以硫氰酸盐为指示剂，用硫酸铁铵标准溶液滴定，借此测定钛量。

钒及大于0.4mg的三氧化钨干扰钛的测定。经碱熔，水浸，过滤分离，消除干扰。

2 试剂

- 2.1 过氧化钠。
- 2.2 铝箔。
- 2.3 盐酸 (ρ 1.19 g/ml)。
- 2.4 盐酸 (1 + 1)。
- 2.5 盐酸 (5 + 95)。
- 2.6 硫酸 (ρ 1.84 g/ml)。
- 2.7 硫酸 (1 + 1)。
- 2.8 硫酸 (5 + 95)。
- 2.9 硫磷混酸：将150 ml 硫酸 (2.6) 在搅拌下缓慢注入700 ml 水中，再加 150 ml 磷酸 (ρ 1.70 g/ml)。
- 2.10 氢氧化钠溶液 (20%)。
- 2.11 氢氧化钠溶液 (2%)。
- 2.12 氯化亚锡溶液 (10%)：称取10g氯化亚锡，溶解在20 ml 盐酸 (2.3) 中，用水稀释至100 ml。
- 2.13 氯化汞饱和溶液。
- 2.14 硫氰酸铵溶液 (50%)。
- 2.15 二苯胺磺酸钠溶液 (0.2%)。
- 2.16 重铬酸钾标准溶液 (0.001667 mol/l)：称取 0.4903 g (0.003333 mol/l 称取0.9806 g 或 0.004167 mol/l 称取1.2258 g) 预先在150℃烘干1 h的重铬酸钾 (基准试剂)，溶于水，移入1000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
- 2.17 硫酸铁铵标准溶液：根据试样钛含量按表1 配制不同浓度的硫酸铁铵标准溶液。

表 1

钛, %	硫酸铁铵标准溶液, mol/l
1.2~3.5	0.0100
3.5~6.5	0.0200
6.5~9.0	0.0250

称取4.80g硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ (0.01 mol/l), [如配制0.02 mol/l和0.025 mol/l则分别称取9.60g和12.00g硫酸铁铵], 置于1000ml烧杯中, 加500ml水, 慢慢加入50ml硫酸(2.6), 加热溶解, 滴加3~5滴高锰酸钾溶液(0.1%), 煮沸, 冷却后, 用水稀释至1000ml, 混匀, 此溶液约为0.01 mol/l。

2.17.1 标定:

2.17.1.1 移取20.00ml硫酸铁铵溶液(2.17), 置于250ml锥形瓶中。

2.17.1.2 加10ml盐酸(2.3), 加热近沸, 滴加氯化亚锡溶液(2.12)至溶液无色再过量1~2滴, 流水冷却, 加10ml氯化汞饱和溶液(2.13), 混匀, 放置2~3min, 加10ml硫磷混酸(2.9), 用水稀释至约100ml, 加5滴二苯胺磺酸钠溶液(2.15), 以重铬酸钾标准溶液(2.16)滴定至溶液紫色不消失为终点。同时标定三份, 取平均值。

2.17.1.3 指示剂空白测定: 分别吸取5.00和10.00ml硫酸铁铵溶液(2.17)各一份, 置于250ml锥形瓶中, 各以硫酸(2.8)稀释至20ml, 以下按2.17.1.2进行。按式(1)计算指示剂空白值:

$$V_0 = V_a - (V_b - V_a) \dots\dots\dots (1)$$

式中: V_0 ——指示剂空白值, ml;

V_a ——5.00ml硫酸铁铵标准溶液(2.17)消耗重铬酸钾标准溶液的体积, ml;

V_b ——10.00硫酸铁铵标准溶液(2.17)消耗重铬酸钾标准溶液的体积, ml。

2.17.2 按式(2)计算硫酸铁铵标准溶液(2.17)浓度:

$$C = \frac{(V_1 - V_0) C_1}{V} \dots\dots\dots (2)$$

式中: C ——硫酸铁铵标准溶液浓度, mol/l;

V_1 ——标定时消耗重铬酸钾标准溶液的体积, ml;

V_0 ——指示剂空白值, ml;

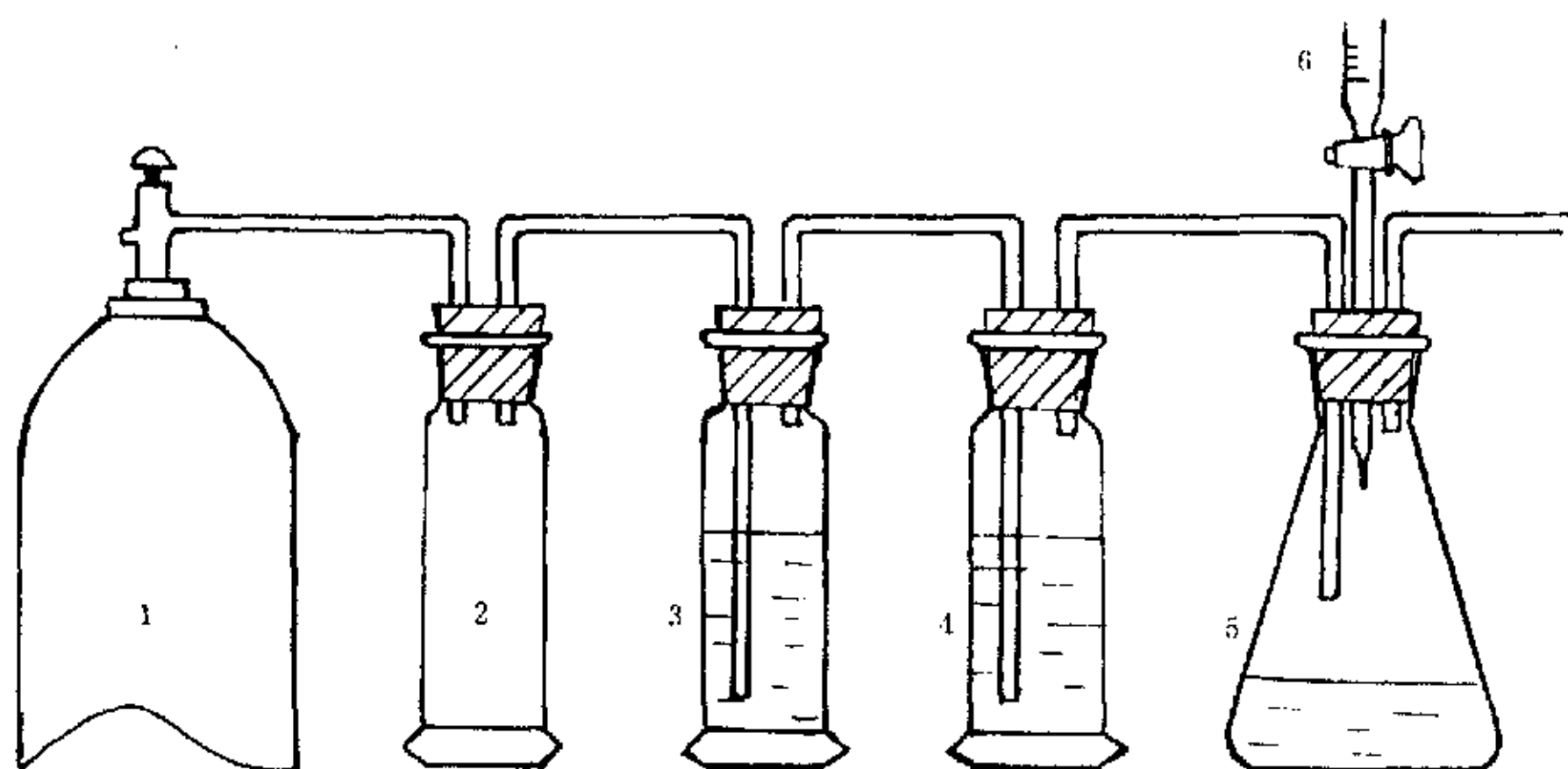
C_1 ——重铬酸钾标准溶液的浓度, mol/l;

V ——移取硫酸铁铵标准溶液(2.17)的体积, ml。

3 仪器

3.1 封闭装置: 用氮气(或二氧化碳)做保护气氛。

氮气保护气氛装置(如图)。



- a. 1 氮气瓶。
- b. 2 缓冲瓶。
- c. 3 焦性没食子酸碱性溶液洗涤瓶：将10g焦性没食子酸溶于30ml热水中，用氢氧化钾溶液（60%）稀释至200ml。
- d. 4 连二亚硫酸钠的碱性溶液洗涤瓶：将50g连二亚硫酸钠溶于200ml水中，加40ml氢氧化钾溶液（50g氢氧化钾溶于70ml水中）和4g萘酚-2-磺酸钠。此溶液新鲜时为血红色，失效后为橙色，可根据颜色来判断溶液的使用程度。
- e. 5 装有待分析溶液的锥形瓶。
- f. 6 滴定管。

3.2 磁力搅拌器。

4 试样

4.1 一般试样粒度应小于 $100\mu\text{m}$ ，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，粒度应小于 $160\mu\text{m}$ 。

4.2 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。

5 分析步骤

5.1 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。

5.2 试样量

称取0.2500g试样。

5.3 空白试验

随同试样做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

5.4 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。

5.5 测定

5.5.1 试样的分解

将试样（5.2）置于刚玉坩埚中，加约3g过氧化钠（2.1），在约 700°C 熔融5~10min，冷却，置于400ml烧杯中，用100ml温水浸取，洗出坩埚。

5.5.2 分离

向浸取的溶液中，加10ml氢氧化钠溶液（2.10），加热煮沸至无小气泡，以中速定量滤纸过滤。沉淀用氢氧化钠溶液（2.11）洗4～5次，弃去滤液。

5.5.3 滴定

将保留的坩埚，置于原烧杯中，加30ml盐酸（2.4）浸洗，取出坩埚用水洗净，将溶液加热，趁热倒在分离过滤的沉淀上溶解沉淀。溶液收集在预先盛有20ml硫酸（2.7）的500ml锥形瓶中，用热盐酸（2.5）洗净原烧杯及滤纸至无铁离子〔用硫氰酸盐（2.14）检查〕。

向锥形瓶内加20ml盐酸（2.3）再加水至体积约为150ml，加热至50～60℃取下，加3g铝箔（2.2，折成小块放入溶液中），并通入氮气（或二氧化碳）进行还原（反应太剧烈时可稍冷却）待铝箔完全作用后，煮沸使溶液清亮，冷却至室温，加5ml硫氰酸铵溶液（2.14），在磁力搅拌器（3.2）搅拌下，用硫酸铁铵标准溶液滴定至稳定的褐红色为终点（从还原开始至滴定完毕始终在保护气氛下进行）。

注：① 铝箔需使用纯度99.5%左右的二级品。纯度太高反应速度慢，如随同试样空白溶液经还原呈深灰色，则此种铝箔不宜使用。

② 三价铁极不稳定，易被空气氧化，保护气氛的封闭系统要经常检查不应漏气和堵塞。

③ 滴定时当三价铁的紫色变浅后，滴定速度应缓慢，近终点时须逐滴滴定。

6 分析结果的计算

6.1 按式（2）计算钛的百分含量：

$$Ti(\%) = \frac{(V - V_0)C \times 0.04788}{m} \times 100 \times K \dots\dots\dots (2)$$

式中：V——滴定消耗硫酸铁铵标准溶液体积，ml；

V_0 ——空白试验滴定所消耗硫酸铁铵标准溶液体积，ml；

C——硫酸铁铵标准溶液浓度；

0.04788——1ml 1mol/l 硫酸铁铵标准溶液相当于钛的克数；

m——试样量，g；

K——由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得换算系数（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》测定得到的吸湿水的质量百分数。

6.2 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2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2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。

6.3 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四位，并按数字修约规则的规定修约至小数第二位。

7 允许差

表 2

%

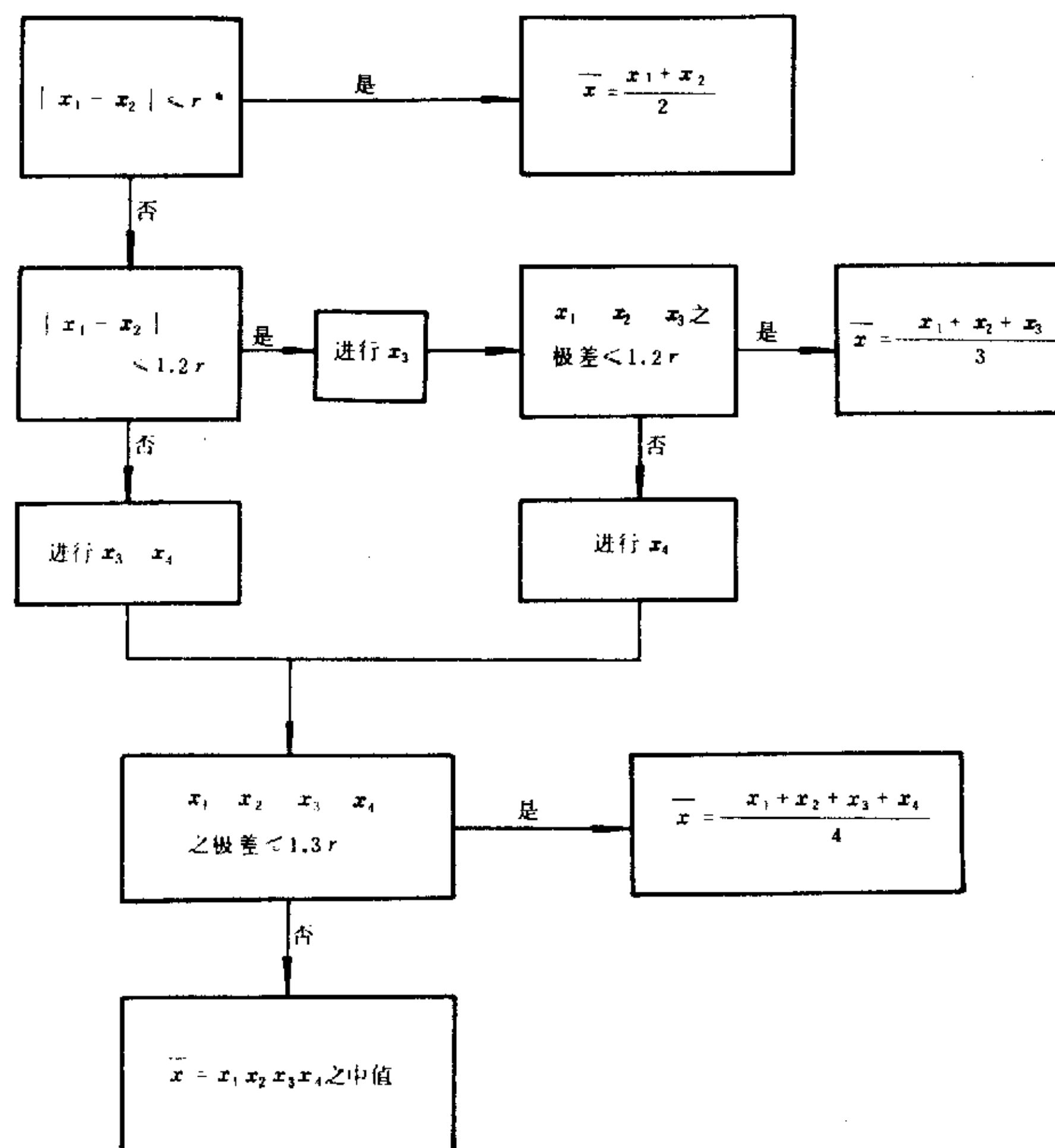
钛 量	标样允许差	试样允许差
1.20 ~ 3.50	± 0.04	0.06
> 3.50 ~ 6.50	± 0.07	0.10
> 6.50 ~ 9.00	± 0.09	0.12

8 氧化物系数

按式 (3) 计算 二氧化钛百分含量:

$$\text{TiO}_2 (\%) = 1.668 \times \text{Ti} (\%) \quad \dots\dots\dots (3)$$

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



* r 即表 2 中所列允许差。

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。

本标准由攀枝花钢铁公司钢研所起草。

本标准主要起草人罗开华、郑朴。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准YB 506—65《钒钛磁铁矿化学分析方法》中钛的测定作废。