

前 言

GB/T 6609—2004 共有 29 部分,本标准为第 7 部分。

本标准是对 GB/T 6609.7—1986《氧化铝化学分析方法 三辛基氧化膦-硫氰酸盐光度法测定二氧化钛含量》的修订,由于原方法操作繁琐,以及所使用的一些试剂市面上很难买到,随着拜耳法、混联法等氧化铝生产技术的普及,二氧化钛有升高的趋势,因而制定了用二安替吡啉甲烷光度法测定氧化铝中的二氧化钛含量。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6609.7—1986。

本标准由中国有色金属工业协会提出。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本标准由中国铝业股份有限公司河南分公司起草。

本标准由中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国铝业股份有限公司山西分公司参加起草。

本标准主要起草人:赵春晖、闫晋钢、王新亮、梁倩、王书勤。

本标准主要验证人:石磊、高风光、张爱芬、贺誉清。

本标准由全国有色金属标准化技术委员会负责解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 6609.7—1986。

氧化铝化学分析方法和物理性能测定方法

二安替吡啉甲烷光度法测定二氧化钛含量

1 范围

本标准规定了氧化铝中二氧化钛含量的测定。

本标准适用于氧化铝中二氧化钛含量的测定。测定范围:0.000 3%~0.010%。

2 方法原理

试料用高压釜溶解,在 2 mol/L~4 mol/L 盐酸溶液中,加入二安替吡啉甲烷与钛离子作用生成黄色络合物,于分光光度计波长 390 nm 处测量其吸光度,以测定二氧化钛量。铁(Ⅲ)的干扰用抗坏血酸还原至低价消除。

3 试剂

3.1 盐酸(5+1);优级纯。

3.2 抗坏血酸溶液(100 g/L);现用现配。

3.3 二安替吡啉甲烷溶液(50 g/L);用盐酸(2 mol/L)配制,现用现配。

3.4 二氧化钛标准贮存溶液:称取 0.299 8 g 金属钛($\geq 99.9\%$)于锥形瓶中,加入 50.0 mL 水、10.0 mL 盐酸(1+1)、50 mL 硫酸(1+1),加热溶解。逐滴加入硝酸(1+4),使溶液氧化至紫色消失,冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 二氧化钛。

3.5 二氧化钛标准溶液:移取 5.00 mL 二氧化钛标准贮存溶液(3.4),置于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10 μg 二氧化钛。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 干燥器;用新活性氧化铝作干燥剂。

4.3 烘箱;300℃ \pm 10℃。

4.4 聚四氟乙烯密封溶解器;见图 1。

5 试样

5.1 试样应通过 0.125 mm 孔径筛网。

5.2 试样预先在 300℃ \pm 10℃ 烘干 2 h,置于干燥器(4.2)中,冷却至室温。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样(5),精确至 0.000 1 g。

表 1

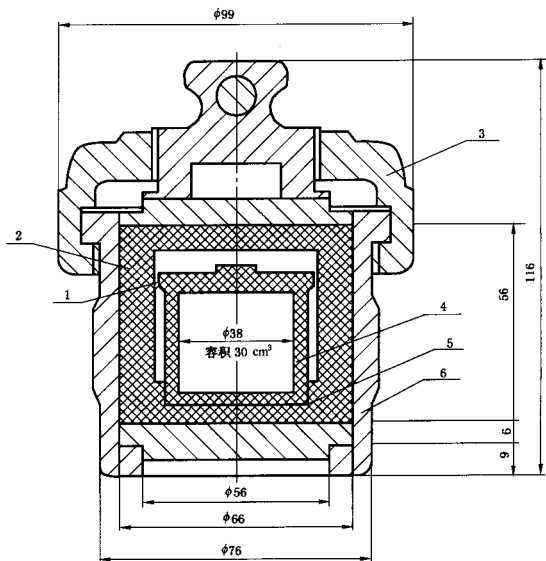
二氧化钛含量/%	试料/g	高压釜加盐酸(3.1)量/mL
0.000 3~0.005 0	1.000 0	15.0
0.005 0~0.010	0.500 0	10.0

6.2 测定次数

独立地进行二次测定,取其平均值。

6.3 空白试验

随同试料做空白试验。



- 1—反应杯盖;
- 2—溶样器盖;
- 3—钢套盖;
- 4—反应杯;
- 5—溶样器;
- 6—钢套。

图 1 聚四氟乙烯密封溶样器

6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于聚四氟乙烯密封溶样器(4.4)中,并按表 1 加盐酸(3.1),于 $240^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 烘箱(4.3)中熔融 4 h,取出冷却。

6.4.2 用少量热水将熔融物(6.4.1)洗入 50 mL 容量瓶中,摇匀,冷却至室温。加 2.0 mL 抗坏血酸溶液(3.2)和 10.0 mL 二安替吡啉甲烷溶液(3.3),用水稀释至刻度,摇匀,放置 20 min。

6.4.3 将部分试液移入 5 cm 吸收池中,于分光光度计波长 390 nm 处,以随同空白试验溶液为参比,测得吸光度,从相应的工作曲线上查出二氧化钛量。

6.5 工作曲线的绘制

移取 0.0, 0.50, 1.00, 2.00, 3.00, 5.00 mL 二氧化钛标准溶液(3.5)于一系列 50 mL 容量瓶中,加

8.0 mL 盐酸(3.1), 2.0 mL 抗坏血酸溶液(3.2), 10.0 mL 二安替吡啶甲烷溶液(3.3), 用水稀释至刻度, 摇匀, 放置 20 min。移取部分系列标准溶液于 5 cm 吸收池中, 在分光光度计波长 390 nm 处, 以试剂空白为参比, 测得吸光度, 以二氧化钛量为横坐标, 吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

7 分析结果的计算

按下式计算二氧化钛含量 $w(\text{TiO}_2)(\%)$:

$$w(\text{TiO}_2) = \frac{m_1}{m_0 \times 10^6} \times 100$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得二氧化钛的质量, 单位为微克(μg);

m_0 ——试料的质量, 单位为克(g)。

8 精密度

8.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值, 在以下给出的平均值范围内, 这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r), 超过重复性限(r)的情况不超过 5%, 重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得:

$w(\text{TiO}_2)$ (%) 0.000 6 0.001 6 0.006 5

重复性限 r (%) 0.000 1 0.000 2 0.000 5

8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

$w(\text{TiO}_2)$	允许差
>0.000 3~0.001 0	0.000 2
>0.001 0~0.003 0	0.000 4
>0.003 0~0.006 0	0.000 8
>0.006 0~0.010	0.001 2

9 质量保证与控制

分析时, 应用国家标准样品或控制样品进行校核, 或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失效时应找出原因, 纠正错误后, 重新进行校核。