

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 1.19g/ml)。
- 2.4 盐酸 (1 + 1)。
- 2.5 盐酸 (5 + 95)。
- 2.6 硫酸 (ρ 1.84g/ml)。
- 2.7 硫酸 (1 + 1)。
- 2.8 硫酸 (5 + 95)。
- 2.9 硫磷混酸：将150ml硫酸 (2.6)在搅拌下缓慢注入700ml水中，再加150ml磷酸 (ρ 1.70g/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20ml盐酸 (2.3)中，用水稀释至100ml。
- 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 (0.001667mol/l)：称取0.4903g (0.003333mol/l称取0.9806g或0.004167mol/l称取1.2258g)预先在150℃烘干1h的重铬酸钾 (基准试剂)，溶于水，移入1000ml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

钽, %	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;

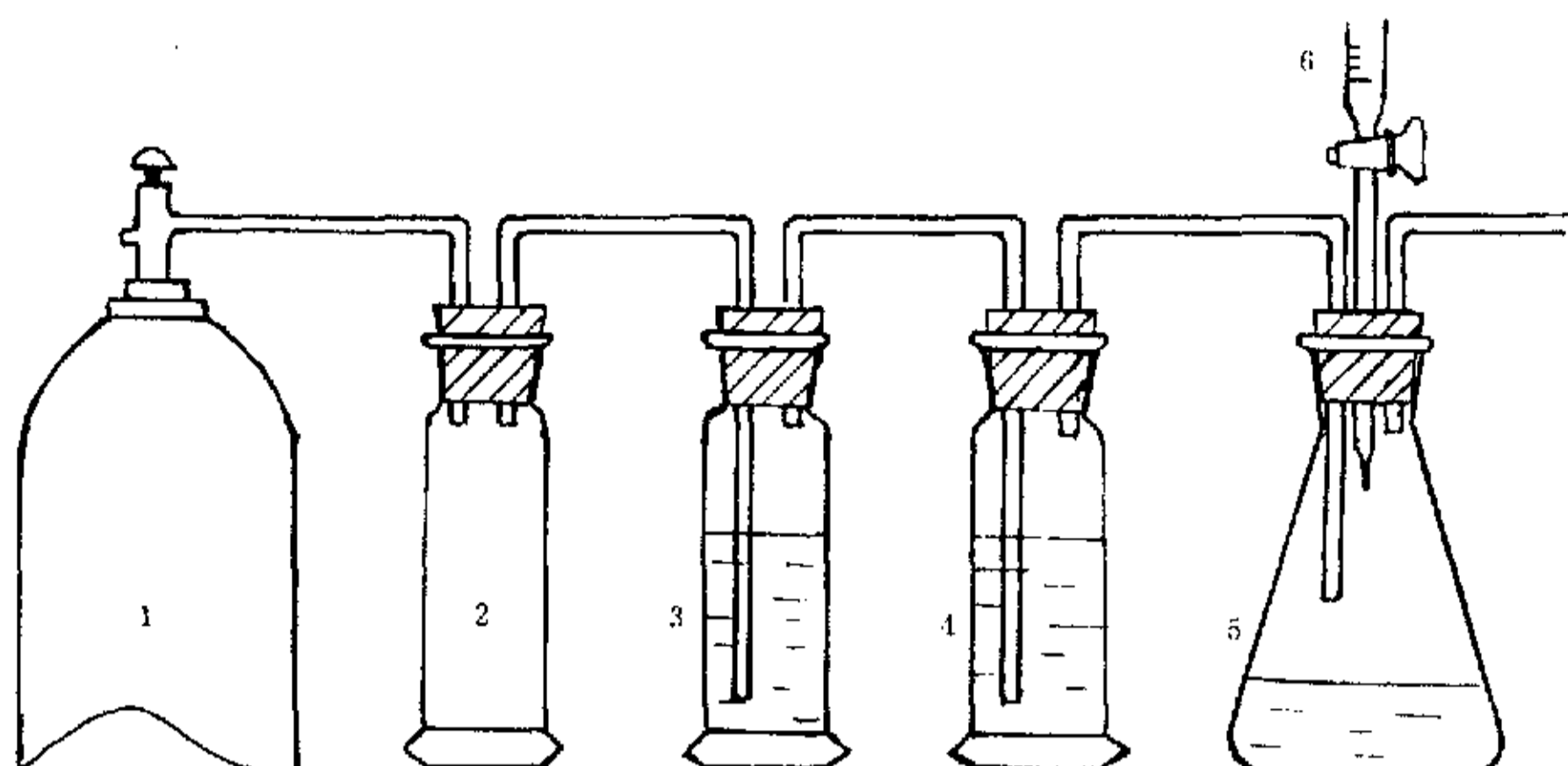
C_1 ——重铬酸钾标准溶液的浓度, mol/l;

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