

粘土、高铝质耐火材料化学分析方法
过氧化氢光度法测定二氧化钛量

UDC 666.76:543
.06

GB 6900.5—86

Fireclay and high-alumina refractories
—Determination of titanium dioxide content
—Hydrogen peroxide photometric method

本标准适用于粘土、高铝质耐火材料中二氧化钛量的测定。

测定范围：0.50~10.00%。

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

试样用混合熔剂熔融，盐酸浸取，硫酸赶氯，在5%硫酸介质中，四价钛与过氧化氢生成黄色络合物，在波长385或430nm处，测量其吸光度。

三氯化铁的黄色及共存离子的干扰，以硫酸赶氯及试液空白来消除。

2 试剂

2.1 混合熔剂：1.5份无水碳酸钠，1.5份无水碳酸钾与0.7份硼酸混匀研细，贮于磨口瓶中。

2.2 盐酸（1+1）。

2.3 硫酸（1+1）。

2.4 硫酸（5+95）。

2.5 过氧化氢（3%）。

2.6 二氧化钛标准溶液I：称取0.5000g预先在1000℃灼烧1h的二氧化钛（基准试剂），置于铂坩埚中，加10~15g焦硫酸钾，放入约550℃高温炉中，升温至750~800℃熔融，熔块用200ml硫酸（1+9）溶解，冷至室温，移入500ml容量瓶中，用硫酸（2.4）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含1000.0μg二氧化钛。

2.7 二氧化钛标准溶液II：移取50.00ml二氧化钛标准溶液I（2.6）于500ml容量瓶中，用硫酸（2.4）稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含100.0μg二氧化钛。

3 仪器

分光光度计。

4 试样

4.1 粘土质试样应通过180目筛，高铝质试样应通过200目筛。

4.2 试样分析前应在105~110℃烘2h，置于干燥器中冷至室温。

5 分析步骤

5.1 测定次数

同一试样，在同一实验室，应由同一人在不同时间内进行2~4次测定。

5.2 试样量

称取0.5g试样，精确至0.0001g。

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 验证试验

随同试样分析同类型的标准试样。

5.5 测定

5.5.1 将试样置于盛有2~3g混合熔剂(2.1)的铂坩埚中，混匀。另取1g混合熔剂(2.1)覆盖其上，加盖，置于约800℃的高温炉中(如炉温由800℃升至1100℃，升温时间超过1h，则采用先将炉温升至1100℃后，打开炉门降温至约800℃，送入坩埚)，然后升温至1100~1150℃保持20~40min，待试样完全分解，取出坩埚，冷却。

5.5.2 将坩埚及盖置于盛有150~200ml沸水及30ml盐酸(2.2)的烧杯中，加热至熔融物完全溶解。用水洗出坩埚及盖，冷至室温，移入250ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.5.3 移取100.00ml试液(5.5.2)(或移取GB 6900.4—86《粘土、高铝质耐火材料化学分析方法 EDTA容量法测定氧化铝量》4.5.2款中试液)于烧杯中，加10ml硫酸(2.3)，在电炉上蒸发至开始冒白烟，稍冷后，用水吹洗杯壁及表皿，继续蒸发至约20ml，取下，稍冷，趁热用水吹洗杯壁及表皿，冷至室温，移入100ml容量瓶中(如有硅析出需过滤)，用水稀释至刻度，混匀。

5.5.4 移取25.00ml试液(5.5.3)2份，分别置于2个100ml容量瓶中，其中1份加5ml过氧化氢(2.5)，另1份不加。分别用硫酸(2.4)稀释至刻度，混匀。用合适的比色皿(见表1)，于分光光度计波长385或430nm处，以不加过氧化氢的1份试液为参比，测量其吸光度。

表 1

TiO ₂ 量, %	0.50~2.50	2.50~10.00
比色皿, cm	3	1
标准曲线	5.5.5.1	5.5.5.2

5.5.5 标准曲线的绘制

5.5.5.1 分取0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00, 15.00ml二氧化钛标准溶液(2.7)，分别置于一组100ml容量瓶中，用硫酸(2.4)稀释至约60ml，加5ml过氧化氢(2.5)，再用硫酸(2.4)稀释至刻度，混匀。用3cm比色皿，于分光光度计波长385或430nm处，以试剂空白为参比，测量其吸光度，绘制标准曲线。

5.5.5.2 分取0, 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00, 6.00ml二氧化钛标准溶液(2.8)，分别置于一组100ml容量瓶中，用硫酸(2.4)稀释至约60ml，加5ml过氧化氢(2.5)，再用硫酸(2.4)稀释至刻度，混匀。用1cm比色皿，于分光光度计波长385或430nm处，以试剂空白为参比，测量其吸光度，绘制标准曲线。

6 分析结果的计算

6.1 按下式计算二氧化钛的百分含量

$$\text{TiO}_2 (\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \cdot \frac{V_1}{V}} \times 100$$

式中： m_1 ——由标准曲线上查得二氧化钛量， μg ；