



中华人民共和国国家标准

GB 6730.22—86

铁矿石化学分析方法 二安替吡啉甲烷光度法测定钛量

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

1986-08-19 发布

1987-08-01 实施

国家标准局 发布

中华人民共和国国家标准

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 1.19g/ml)。
- 2.3 盐酸 (1 + 1)。
- 2.4 盐酸 (1 + 99)。
- 2.5 硝酸 (ρ 1.42g/ml)。
- 2.6 硫酸 (ρ 1.84g/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 1.15g/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30g二安替吡啉甲烷，用盐酸 (2 mol/l) 溶解，并稀释至1000ml，过滤贮于棕色瓶中保存。
- 2.14 钛标准溶液：
 - 2.14.1 称取0.0834g预先在800℃左右灼烧1h的二氧化钛 (99.9%以上) 于铂坩锅中，加5g焦硫酸钾 (2.1) 在650℃左右熔融至清亮，冷却后将铂坩锅放入400ml烧杯中，加50ml硫酸 (1 + 9)，加热使熔融物溶解，将坩锅用硫酸 (1 + 9) 洗净，取出。冷至室温移入1000ml容量瓶中，用硫酸 (1 + 9) 稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含50.0μg钛。
 - 2.14.2 移取50.0ml钛标准溶液 (2.14.1)，置于500ml容量瓶中，用硫酸 (2.8) 稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含5.0μg钛。

3 试样

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

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