

前 言

本标准是由推荐性化工行业标准 HG/T 2957.11—1984《明矾石矿石钛含量测定 二安替比林甲烷光度法》修订而成。

本标准自实施之日起,同时代替 HG/T 2957.11—1984。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由化学工业化学矿标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:化工部连云港设计研究院。

本标准主要起草人:王和平、张晓梅。

本标准于1966年首次发布为化工部部颁标准 HG 1-353—66《明矾石统一分析方法》,1984年发布为国家标准 GB 4581.11—84《明矾石矿石钛含量测定 二安替比林甲烷光度法》,1997年调整为推荐性化工行业标准,原国家标准 GB 4581.11—84 废止,重新编号为 HG/T 2957.11—1984。

明矾石矿石中钛含量的测定 二安替比林甲烷分光光度法

1 范围

本标准规定了二安替比林甲烷分光光度法测定二氧化钛含量。

本标准适用于明矾石矿石产品中二氧化钛含量的测定。测定范围 0.01%~1%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 1 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 6682 分析试验室用水规格和试验方法(neq ISO 3692:1987)

GB/T 9721 化学试剂 分子吸收分光光度法通则(紫外和可见光部分)

3 方法提要

试样用酸溶解，溶渣用焦硫酸钾熔融，用水浸取。在 1 mol/L~3 mol/L 盐酸介质中，钛离子与二安替比林甲烷形成黄色配合物。在波长 420 nm 或 390 nm 处测量吸光度。

4 试剂和溶液

本标准所用水的规格应符合 GB/T 6682 中三级水，所列试剂，除特殊规定外，均指分析纯试剂。

4.1 焦硫酸钾。

4.2 氢氟酸。

4.3 硫酸溶液:1+1。

4.4 硝酸溶液:1+1。

4.5 盐酸溶液:1+1。

4.6 抗坏血酸溶液:20 g/L(使用时配制)。

4.7 二安替比林甲烷溶液:30 g/L。称取 3 g 二安替比林甲烷，溶于 100 mL 盐酸溶液(1+5)，过滤后保存于棕色试剂瓶中。

4.8 二氧化钛标准溶液:10 μg/mL。

称取 0.1000 g 预先在 950℃ 灼烧 1 h 的二氧化钛于铂坩埚中，加入 5 g 焦硫酸钾，置于马弗炉内，从低温升至 450℃，停留 10 min，再升至 650℃，熔融 15 min，取出冷却。移入 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 硫酸溶液(4.3)，温热浸出熔块(温度不可超过 50℃)，用热水洗出坩埚，待全部溶解后，冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

吸取 50.0 mL 上述溶液于 500 mL 容量瓶中，加入 45 mL 硫酸溶液(4.3)，用水稀释至 250 mL 左右，冷却后再用水稀释至刻度。此溶液每毫升含二氧化钛 10 μg。

5 仪器

分光光度计:应符合 GB/T 9721 的规定。

6 试样

试样通过 106 μm 试验筛(GB/T 6003.1)，于 105℃~110℃ 干燥 2 h 以上，置于干燥器中冷却至

室温。

7 分析步骤

7.1 称取 0.1 g~0.3 g 试样(精确至 0.000 1 g)于铂坩埚中,用少量水润湿,加 1 mL 硫酸溶液(4.3),10 mL 氢氟酸(4.2),1 mL 硝酸溶液(4.4),在电热板上低温加热,不时摇动,升高温度冒尽白烟,取下。

7.2 加入 3 g 焦硫酸钾(4.1),置于马弗炉内,从低温升至 450℃,停留 10 min,再升至 650℃,熔融 10 min,取出冷却。置于 150 mL 烧杯中,加 15 mL 盐酸溶液(4.5),15 mL 水,盖上表面皿,加热浸出熔块,洗出坩埚,待全部溶解后,冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,干过滤。

7.3 吸取 5.0 mL~20.0 mL 滤液,于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至 20 mL。加入 5 mL 抗坏血酸溶液(4.6),放置 5 min。加入 8 mL 盐酸溶液(4.5)、12 mL 二安替比林甲烷溶液(4.7),用水稀释至刻度,摇匀。

7.4 放置 30 min 后,用 2 cm 吸收池,于分光光度计波长 420 nm 或 390 nm 处,以空白试验溶液作参比,测量吸光度,在工作曲线上查出相应的二氧化钛质量。

同时作空白试验。

8 工作曲线的绘制

量取 0.0、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL、10.0 mL 二氧化钛标准溶液(4.8)置于一组 50 mL 容量瓶中,加水至 20 mL,以下按分析步骤 7.3、7.4 条进行,以试剂空白作参比,测量吸光度。以二氧化钛质量为横坐标,相应的吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

9 分析结果的表述

以质量百分数表示的二氧化钛(TiO_2)含量(X)按下式计算:

$$X = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的二氧化钛质量,单位为微克(μg);

m ——吸取试样溶液相当于试样的质量,单位为克(g)。

10 允许差

取平行分析结果的算术平均值为最终分析结果。平行分析结果的绝对差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差

二氧化钛(TiO_2)含量, %	允许差, %
0.010~0.050	0.008
>0.050~0.10	0.02
>0.10~1.00	0.05