

## 二安替吡啉甲烷分光光度法测定矿石中二氧化钛

潘翠凤, 王勇, 李建军, 陈德庆, 李旭生

(山东张店钢铁总厂, 山东 淄博 255007)

摘要: 采用快熔剂熔融样品, 用确定好的分析条件, 加入二安替吡啉甲烷显色进行分光光度分析, 可以测定铁矿石、烧结矿、球团矿中 $TiO_2$ , 结果与标准值基本一致。

关键词: 二氧化钛, 分光光度法, 二安替吡啉甲烷

中图分类号: 0657.31 文献标识码: B 文章编号: 1004-4620(2002)05-0056-02

Determination of  $TiO_2$  in Ore With Diantipyryl Methane Spectrophotometry

PAN Cui-feng, WANG Yong, LI Jian-jun, CHEN De-qing, LI Xu-sheng

(Zhangdian Iron and Steel Works of Shandong, Zibo 255007, China)

Abstract: Melting the sample in quick flux, using the determined analysis condition, putting in diantipyryl methane and showing color, analyzing with spectro luminosity, the content of  $TiO_2$  in iron ore, sinter, pellet can be determined, and the result is basically in accord with standard value.

Key words:  $TiO_2$ ; spectrophotometry; diantipyryl methane

## 1 引言

铁矿石、球团矿、烧结矿中二氧化钛的测定已有许多报道, 所用显色剂多为双氧水、变色酸、二安替吡啉甲烷, 样品分解多采用焦硫酸钾熔融<sup>[1]</sup>。本实验采用快熔剂熔融试样, 试样以二安替吡啉甲烷显色, 进行分光光度分析。方法简单、快速, 样品对照和分析结果表明, 采用该方法对含铁矿物类 $TiO_2$ 进行测定可以获得满意结果。

## 2 实验部分

### 2.1 仪器与试剂

721型分光光度计

快熔剂: 碳酸钠与硼酸2: 1(质量比)混匀、研细

盐酸: 38%

抗坏血酸溶液: 5%水溶液

二安替吡啉甲烷溶液(2.5%): 称2.5g二安替吡啉甲烷溶于100mL2mol/L盐酸液中

### 2.2 实验方法

称取0.2g试样于盛有2g快熔剂的铂坩锅中, 在炉温为900℃马弗炉中熔融20min, 用65mL水和20mL盐酸(38%)混合液浸取, 100mL容量瓶中定容。移液10mL于50mL容量瓶, 加5mL抗坏血酸溶液(5%), 放置5min, 加4mL盐酸(38%)、10mL2.5%二安替吡啉甲烷溶液稀至刻度, 放置20min, 采用3cm比色皿, 以试剂空白溶液为参

比，在波长390nm处测其吸光度。

### 3 结果与讨论

#### 3.1 波长选择

按实验方法，用06#标样，测定在不同波长下TiO<sub>2</sub>溶液和试剂空白的吸光度，并绘制吸收曲线如图1所示。从图1可知，在HCl介质中，有色溶液最大吸收波长在390nm。故选择390nm为测定波长，试剂空白比较小。

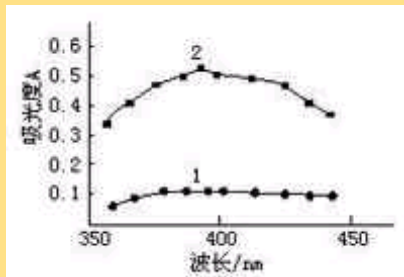


图1吸收光谱曲线

1 试剂空白对蒸馏水 2 显色液对试剂空白

#### 3.2 酸用量选择

改变盐酸用量，其余按实验方法操作。实验结果表明，盐酸用量在3~5mL范围内时，均有稳定的吸光度。本法选用4mL。

#### 3.3 显色剂用量的选择

显色剂用量试验结果如图2所示。图2表明：显色剂的用量在0~8mL范围内时，随毫升数增大，消光值A<sub>390</sub>逐渐增大。显色剂用量增至9mL后A<sub>390</sub>便显色完全趋于稳定。故选用10mL。

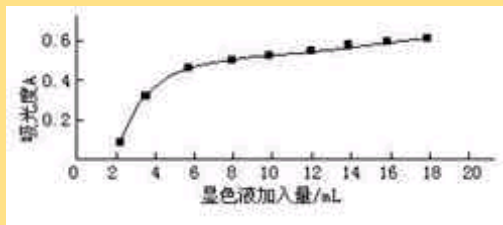


图2 显色剂用量的变化

#### 3.4 反应速度及络合物稳定性

本法采用室温下显色，当温度在20~35℃之间波动时，吸光度基本不变。吸光度随放置时间延长略有增大，20min后即可达到最大且稳定的吸光度。

#### 3.5 回归曲线的制作

在上述分析条件下，依次做标样01~06#(见表1),测得各自吸光度。以TiO<sub>2</sub>%含量为横坐标，以吸光度为纵坐标，以最小二乘法制作待测TiO<sub>2</sub>永久回归曲线如下(以试剂空白为参比液)：

$$Y=2.36 \times 10^{-3}+1.732X$$

$$r=0.9991$$

表1 标样编号

	01#	02#	03#	04#	05#	06#
--	-----	-----	-----	-----	-----	-----

标样	93-39	479	6754	YSBC28733	93-30	GBW07219a
编号	褐铁矿	烧结矿	铁矿	3#球团矿	烧结矿	烧结矿

### 3.6 样品分析

取标准样品，按照分析方法分析。分析结果与标准值基本一致，如表2所示。

表2 分析结果

标 样	01#	02#	03#	04#	05#	06#
分析平均值/%	0.031	0.037	0.044	0.103	0.128	0.145
标准值/%	0.031	0.035	0.047	0.101	0.130	0.145
标准偏差 / $\times 10^{-3}\%$	1.0	1.0	0.6	1.6	1.9	1.5
RSD/%	3.2	4.2	1.5	1.6	1.5	1.0

### 3.7 熔剂及显色剂的选择

在进行吸光光度法分析时，二安替吡啉甲烷光度法的灵敏度比双氧水高二十多倍<sup>[2]</sup>，故选用二安替吡啉甲烷做显色剂。焦硫酸钾做熔剂时，要先熔融除去水，熔体有时溅崩，而快熔剂溶解样品完全，故选快熔剂做熔剂。

## 4 结论

4.1 矿石样品用快熔剂熔融，试样以二安替吡啉甲烷做显色剂，在390nm波长进行分光光度法分析，此法测定TiO<sub>2</sub>具有较高精确度。

4.2 此法方便快捷，适用于中小型化验室快速全分析，用快熔剂熔融的同一母液可同时测定TFe、SiO<sub>2</sub>、CaO、MgO、Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>等。

[返回上页](#)