二安替吡啉甲烷分光光度法测定膨润土中钛含量

杨海欣

（中国检验认证集团广西有限公司，广西　防城港　538001）

（广西中检检测技术服务有限公司，广西　防城港　538001）

摘　要：研究建立了采用二安替吡啉甲烷分光光度法测定膨润土中钛元素含量的方法。用酸加热溶解试样，分取部分试液，用抗坏血酸还原铁，试液中钛离子与二安替吡啉甲烷生成黄色络合物，在紫外分光光度计波长385nm处测量其吸光度，用标准曲线法计算钛的含量。

关键词：膨润土；分光光度法；钛含量

Abstract：A spectrophotometric method for the determination of titanium in bentonite by diantipyroline methane was established. The sample was heated with acid to dissolve, part of the test solution was separated, iron was reduced with ascorbic acid, titanium ions in the test solution and diantipyrloprimethane were used to form yellow complex, the absorbance was measured at the wavelength of 385nm by ultraviolet spectrophotometer, and the content of titanium was calculated by standard curve method.

Key words：bentonite；Spectrophotometry；Titanium content

0 前言

膨润土是一类非金属矿物的黏土，主要成分以蒙脱石为主。膨润土在遇水后表现出具有较好的粘结性、润滑性和悬浮性以及触变性能。

目前膨润土在工业的数十个领域中上百个部门都有应用，广泛用于饲料添加剂、钢铁铸造、冶金球团、化工涂料、钻井泥浆、油田钻井等多个行业，因用途广泛被人们称之为“万能土”。膨润土测定钛含量还没有相应的检验标准，给有检测需求的人们带来了难度。在详细研究了膨润土的元素构成的基础上，并参考石灰石及白云石、高岭土、铝土矿、粘土等标准文献，采用二安替吡啉甲烷分光光度法测定膨润土中钛元素含量的方法，该方法精密度好，回收率高，可为膨润土钛含量的检测提供一种检验方法。

1 实验方法

1.1 试剂

①钛标准储备液：ρ=1000mg/mL（国家钢铁材料测试中心钢铁研究总院）；

②钛标准溶液：ρ=100mg/mL，由钛标准储备液（①）稀释而成；

③钛标准溶液：移取10.00mL钛标准贮存溶液(②)，置于50.00mL容量瓶中，用硫酸（1+9）稀释至刻度，摇匀，此溶液1mL含20mg钛；

④二安替吡啉甲烷溶液（50g/L）：称取5.0g二安替吡啉甲烷于70mL盐酸（1+1）中溶解，电热板上加热促进其溶解，移入100mL容量瓶中，并用相同浓度盐酸（1+1）稀释至刻度，摇匀；

⑤盐酸、硝酸、氢氟酸、硫酸均为分析纯；

1.2 实验方法

称取0.20g试样（精确至0.0001g），置于聚四氟乙烯烧杯中，加入20mL硝酸，盖上聚四氟乙烯盖从低温加热溶解约20 min，取下烧杯冷却，缓慢加入5mL氢氟酸并不断摇晃烧杯，继续加热10min，取下烧杯冷却，再加入5mL氢氟酸，3mL硫酸（1+1），加热至冒浓白烟。取下聚四氟乙烯烧杯，稍冷，加入20mL盐酸（1+1），用超纯水吹洗表面皿和杯壁，加热煮沸溶液，取下聚四氟乙烯烧杯，冷却至室温。将溶液移入100mL容量瓶中，并用超纯水稀释至刻度，混匀，干过滤。随同试样做空白实验。

1.3 测定

分取20mL试液于100mL容量瓶中加入10mL抗坏血酸溶液（100g/L），混匀，放置5min，加入15mL盐酸（1+1）和10mL二安替吡啉甲烷溶液（④），用水稀释至刻度，混匀。室温下放置40min。打开紫外分光光度计并将波长调到385nm处预热30min。将显色溶液倒入2cm比色皿中，以超纯水为参比，在分光光度计波长385nm处，测量其吸光度，测得的吸光度减去试样空白溶液的吸光度后，从工作曲线上查出与吸光度相对应的钛含量。

1.4 工作曲线

移取0.00、0.50、1.00、2.00、4.00、6.00、8.00mL钛标准溶液（③），分别置于7个100mL容量瓶中，依次加入10.0、9.5、9.0、8.0、6.0、4.0、2.0mL硫酸（1+9），按1.3进行实验，所测吸光度减去标准空白溶液的吸光度。

以钛量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

1.5 结果计算

按公式计算试样中钛的含量 W（质量分数），数值以 % 表示。

$$W = \frac{m_1 \times V \times 100}{m \times V_1}$$

式中：V– 试液总体积，mL；V_1– 分取试液体积，mL；m_1– 从工作曲线上查得的钛量，g；m– 试料的质量。

2 结果与讨论

2.1 精密度实验

分别称取 5 个不同钛含量的膨润土试样 11 份，按照以上分析方法检测钛含量，实验结果见表 1。

由表 1 可知，钛含量实验结果的相对标准偏差在 2.14–7.93% 之间，精密度符合要求。

2.2 回收率实验

分别称取 5 个钛含量不同的膨润土试样，分别加入一定量的钛标准溶液（②），按照以上检验方法进行加标回收实验，分析结果见表 2。

由表 2 可见，加标回收率介于 95.77–102.90% 之间，表明该方法的回收效果较好。

3 结论

由试验建立的本分析方法 – 二安替吡啉甲烷分光光度法测定膨润土中的钛含量，加标回收效果好，准确度、精密度都符合要求，是一种实用的检测方法，可以满足人们对膨润土中钛含量的检测需求。具有一定的社会价值。

参考文献：

[1] GB/T 3286.10-2020. 石灰石及白云石化学分析方法第 10 部分：二氧化钛含量的测定二安替吡啉甲烷分光光度法 [S]. 中华人民共和国国家市场监督管理总局，中华人民共和国国家标准化管理委员会 ,2020.

[2] GB/T 14563-2020. 高岭土及其试验方法 [S]. 中华人民共和国国家市场监督管理总局，中华人民共和国国家标准化管理委员会 ,2020.

[3] YS/T 575.6-2007. 铝土矿石化学分析方法第 6 部分：二氧化钛含量的测定二安替吡啉甲烷光度法 [S]. 中华人民共和国国家发展和改革委员会 ,2008.

[4] GB/T 16399-1996. 粘土化学分析方法 [S]. 中华人民共和国国家技术监督局 ,1996.

表 1 方法重复性实验结果数据（单位：%）

试样编号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	平均值	标准偏差	相对标准偏差
1#	0.13	0.13	0.13	0.14	0.13	0.14	0.13	0.13	0.12	0.11	0.11	0.13	0.010	7.93
2#	0.20	0.21	0.20	0.22	0.19	0.19	0.20	0.18	0.21	0.20	0.21	0.20	0.011	5.66
3#	0.32	0.30	0.31	0.29	0.31	0.32	0.32	0.31	0.34	0.32	0.32	0.31	0.013	4.11
4#	0.40	0.39	0.42	0.42	0.41	0.41	0.39	0.39	0.39	0.40	0.42	0.40	0.013	3.19
5#	0.56	0.55	0.56	0.58	0.58	0.58	0.57	0.56	0.55	0.55	0.56	0.56	0.012	2.14

表 2 加标回收实验分析结果

样品编号	称样量 /%	样品中钛量 /%	试液中钛量 /μg	加入标准溶液钛量 /μg	回收率 /%	
1#	0.2000	0.13	260	200	449	95.77
	0.2000				453	97.31
2#	0.2000	0.20	400	400	806	101.50
	0.2000				791	97.75
3#	0.2000	0.31	620	600	1238	102.90
	0.2000				1205	97.58
4#	0.2000	0.40	800	800	1612	101.50
	0.2000				1589	98.63
5#	0.2000	0.56	1120	1000	2103	98.48
	0.2000				2137	101.52