



中华人民共和国国家标准

GB/T 14506.8—2010
代替 GB/T 14506.8—1993

硅酸盐岩石化学分析方法 第 8 部分：二氧化钛量测定

Methods for chemical analysis of silicate rocks—
Part 8: Determination of titanium dioxide content

2010-11-10 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 14506《硅酸盐岩石化学分析方法》由以下 30 部分组成：

- 第 1 部分：吸附水量测定；
- 第 2 部分：化合水量测定；
- 第 3 部分：二氧化硅量测定；
- 第 4 部分：三氧化二铝量测定；
- 第 5 部分：总铁量测定；
- 第 6 部分：氧化钙量测定；
- 第 7 部分：氧化镁量测定；
- 第 8 部分：二氧化钛量测定；
- 第 9 部分：五氧化二磷量测定；
- 第 10 部分：氧化锰量测定；
- 第 11 部分：氧化钾和氧化钠量测定；
- 第 12 部分：氟量测定；
- 第 13 部分：硫量测定；
- 第 14 部分：氧化亚铁量测定；
- 第 15 部分：锂量测定；
- 第 16 部分：铷量测定；
- 第 17 部分：铯量测定；
- 第 18 部分：铜量测定；
- 第 19 部分：铅量测定；
- 第 20 部分：锌量测定；
- 第 21 部分：镍和钴量测定；
- 第 22 部分：钒量测定；
- 第 23 部分：铬量测定；
- 第 24 部分：镉量测定；
- 第 25 部分：钼和钨量测定；
- 第 26 部分：钽量测定；
- 第 27 部分：铈量测定；
- 第 28 部分：16 个主次成分量测定；
- 第 29 部分：稀土等 22 个元素量测定；
- 第 30 部分：44 个元素量测定。

本部分为 GB/T 14506 的第 8 部分。

本部分代替 GB/T 14506.8—1993《硅酸盐岩石化学分析方法 二氧化钛的测定》。

本部分与原部分相比，主要变化如下：

- 增加了规范性引用文件；
- 增加了警示、警告内容；
- 将称取试料量和分取溶液改为列表表示。

本部分由中华人民共和国国土资源部提出。

GB/T 14506.8—2010

本部分由全国国土资源标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位：国家地质实验测试中心。

本部分起草单位：浙江省地质矿产研究所。

本部分主要起草人：胡勇平、张秋芳、郑存江。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 14506.8—1993。

硅酸盐岩石化学分析方法

第 8 部分：二氧化钛量测定

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 14506 的本部分规定了硅酸盐岩石中二氧化钛量的测定方法。

本部分适用于硅酸盐岩石中二氧化钛量的测定,也适用于土壤和水系沉积物中二氧化钛量的测定。

测定范围:过氧化氢光度法,0.2%~10%的二氧化钛量。二安替比林甲烷光度法,0.05%~5%的二氧化钛量。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 14506 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可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 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14506.1 硅酸盐岩石化学分析方法 第 1 部分:吸附水量测定

3 过氧化氢光度法

3.1 原理

分离二氧化硅后的滤液,在 5% 的硫酸介质中,用磷酸掩蔽铁,钛与过氧化氢生成过钛酸黄色络合物,在分光光度计上,波长 400 nm 处测量其吸光度。计算二氧化钛量。

其反应式为: $\text{Ti}(\text{SO}_4)_2 + \text{H}_2\text{O}_2 \longrightarrow \text{H}_2[\text{TiO}_2(\text{SO}_4)_2]$

3.2 试剂

本部分除非另有说明,在分析中均使用分析纯试剂和符合 GB/T 6682 的分析实验室用水。

3.2.1 焦硫酸钾。

3.2.2 硫酸(1+1)。警告——不当的稀释易发生危险!

3.2.3 硫酸(5+95)。

3.2.4 磷酸(1+1)。

3.2.5 过氧化氢溶液(30 g/L):10 mL 过氧化氢(30%)加水至 100 mL。

3.2.6 二氧化钛标准溶液的配制:

a) 二氧化钛标准溶液(0.500 0 mg/mL):

称取 0.500 0 g 预先经 1 000 °C 灼烧 1 h 的光谱纯二氧化钛(TiO_2),置于铂坩埚中,加 10 g 焦硫酸钾(3.2.1)在 650 °C 高温炉内熔融 10 min~15 min,取出冷却,放入 400 mL 烧杯中,用硫酸(3.2.3)加热浸取,熔块脱落后,洗出坩埚,加热使溶液透亮,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(3.2.3)稀释至刻度,摇匀;

b) 二氧化钛标准溶液(100.0 μg/mL):

分取 20.0 mL 二氧化钛标准溶液[3.2.6a)],置于 100 mL 容量瓶中,用硫酸(3.2.3)稀释至刻度,摇匀。

3.3 仪器

3.3.1 分光光度计。

3.3.2 天平：三级，感量 0.1 mg。

3.4 试样

3.4.1 试样粒径应小于 74 μm。

3.4.2 试样应在 105 ℃预干燥 2 h~4 h，置于干燥器中，冷却至室温。

3.4.3 对易吸水的岩石，应取空气干燥试样。在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定。最终以干态计算结果。

3.5 分析步骤

3.5.1 测定数量

同一试料，一般应进行双份测定，或按一定比例进行双份测定。

3.5.2 试料量

根据 TiO₂ 含量范围按表 1 称取试料量和分取试料溶液。

表 1 试料量与分取试料溶液

含量范围/ %	试料量/ g	分取试料溶液/ mL	分取滤液 A/ mL
<1	0.2		25.00
1~5	0.1	10.00	10.00
>5	0.1	5.00	5.00

注：滤液 A 为 GB/T 14506.3 中(3.5.5.4)或(4.5.5.4)分离二氧化硅后的滤液。

3.5.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验，所用试剂应取自同一试剂瓶，加入同等的量。

3.5.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

3.5.5 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 二氧化钛标准溶液[3.2.6a)]，置于一系列 100 mL 容量瓶中，加水至约 40 mL，加 4 mL 磷酸(3.2.4)、10 mL 硫酸(3.2.2)，摇匀。

3.5.6 测定

按(3.5.2)分取分离二氧化硅后的滤液 A 两份，分别置于 100 mL 容量瓶中，加水至 40 mL，加 4 mL 磷酸(3.2.4)、10 mL 硫酸(3.2.2)，摇匀。其中一份加入 4 mL 过氧化氢(3.2.5)，另一份不加过氧化氢。用水稀释至刻度，摇匀。于分光光度计上，波长 400 nm 处，以不加过氧化氢的一份为参比，测量加入过氧化氢一份的吸光度。

3.5.7 校准曲线绘制

以浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的二氧化钛量。

3.6 结果计算

计算结果以质量分数 $w(\text{TiO}_2)$ 计，数值以 % 表示，按式(1)计算二氧化钛量。

$$w(\text{TiO}_2) = \frac{(m_1 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的二氧化钛量，单位为微克(μg)；
- m_0 ——从校准曲线上查得试料空白溶液的二氧化钛量，单位为微克(μg)；

V ——试料溶液总体积,单位为毫升(mL);
 m ——试料量,单位为克(g);
 V_1 ——分取试料溶液体积,单位为毫升(mL)。
分析结果表示至小数点后第二位。

3.7 精密度

过氧化氢光度法测定硅酸盐岩石中二氧化钛量结果的精密度见表 2。

表 2 精密度 %

成分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
TiO ₂	0.27~7.29	$r=0.113+0.019\ 7m$	$R=0.103+0.046\ 1m$
注:本精密度数据是由 8 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。			

4 二安替比林甲烷光度法

4.1 原理

分离二氧化硅后的滤液,在 0.5 mol/L~2 mol/L 的盐酸或硫酸溶液中,四价钛与二安替比林甲烷生成黄色络合物,铁(Ⅲ)与试剂生成棕色络合物干扰测定,用抗坏血酸将其还原至低价消除其干扰。在分光光度计上,波长 390 nm 处测量其吸光度,计算二氧化钛量。

4.2 试剂

- 4.2.1 焦硫酸钾。
- 4.2.2 盐酸(1+1)。
- 4.2.3 盐酸 $c(\text{HCl})=2\text{ mol/L}$ 。
- 4.2.4 硫酸(5+95)。警告——不当的稀释易发生危险!
- 4.2.5 抗坏血酸溶液(50 g/L):用时现配。
- 4.2.6 二安替比林甲烷溶液(2 g/L):称取 2 g 二安替比林甲烷溶解于 100 mL 盐酸(4.2.3)中。
- 4.2.7 二氧化钛标准溶液的配制:
 - a) 二氧化钛标准溶液(0.500 0 mg/mL):
称取 0.500 0 g 预先经 1 000 ℃灼烧的光谱纯二氧化钛(TiO₂),置于铂坩埚中,加 10 g 焦硫酸钾(4.2.1),于 650 ℃的高温炉中熔融 10 min~15 min,取出冷却,放入 400 mL 烧杯中,用硫酸(4.2.4)加热浸取,熔块脱落后,洗出坩埚,加热使溶液透亮,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(4.2.4)稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 0.500 0 mg 二氧化钛;
 - b) 二氧化钛标准溶液(50.0 μg/mL):
分取 10 mL 二氧化钛标准溶液[4.2.7a)],置于 100 mL 容量瓶中,用硫酸(4.2.4)稀释至刻度,摇匀。

4.3 仪器

- 4.3.1 分光光度计。
- 4.3.2 天平:三级,感量 0.1 mg。

4.4 试样

- 4.4.1 试样粒径应小于 74 μm。
- 4.4.2 试样应在 105 ℃预干燥 2 h~4 h,置于干燥器中,冷却至室温。
- 4.4.3 对易吸水的岩石,应取空气干燥试样。在称样的同时按 GB/T 14506.1 进行吸附水量的测定。以干态计算结果。

4.5 分析步骤

4.5.1 测定数量

同一试料,一般应进行双份测定,或按一定比例进行双份测定。

4.5.2 试料量

根据二氧化钛含量范围按表 3 称取试料量和分取试料溶液。

表 3 试料量与分取试料溶液

含量范围/ %	试料量/ g	分取试料溶液/ mL	分取滤液 A/ mL
<0.5	0.2		25.00
0.5~2	0.1	10.00	10.00
>2	0.1	5.00	5.00

注：滤液 A 为 GB/T 14506.3 中(3.5.5.4)或(4.5.5.4)分离二氧化硅后的滤液。

4.5.3 空白试验

随同试料进行两份空白试验，所用试剂应取自同一试剂瓶，加入同等的量。

4.5.4 验证试验

随同试料分析同类型的标准物质。

4.5.5 校准溶液系列的配制

取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 二氧化钛标准溶液[4.2.7b)]，置于一系列 100 mL 容量瓶中，加水至 50 mL 左右，以下按(4.5.6)分析步骤进行。

4.5.6 测定

按(4.5.2)分取分离二氧化硅后的滤液 A，置于 100 mL 容量瓶中，加水至 50 mL 左右，摇匀。加 10 mL 盐酸(4.2.2)，摇匀。加入 5 mL 抗坏血酸溶液(4.2.5)，摇匀。放置 5 min 后，加入 15 mL 二安替比林甲烷溶液(4.2.6)，用水稀释至刻度，摇匀。放置 2 h 后，在分光光度计上 390 nm 处测量其吸光度。

4.5.7 校准曲线绘制

以浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制校准曲线。从校准曲线上查得相应的二氧化钛量。

4.6 结果计算

计算结果以质量分数 $w(\text{TiO}_2)$ 计，数值以 % 表示，按式(2)计算二氧化钛量。

$$w(\text{TiO}_2) = \frac{(m_1 - m_0)V \times 10^{-6}}{mV_1} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中：

- m_1 ——从校准曲线上查得试料溶液的二氧化钛量，单位为微克(μg)；
- m_0 ——从校准曲线上查得试料空白溶液的二氧化钛量，单位为微克(μg)；
- V ——试料溶液总体积，单位为毫升(mL)；
- m ——试料量，单位为克(g)；
- V_1 ——分取试料溶液体积，单位为毫升(mL)。

分析结果保留至小数点后第二位。

4.7 精密度

二安替比林甲烷光度法测定硅酸盐岩石中二氧化钛量结果的精密度见表 4。

表 4 精密度 %

成分	水平范围 m	重复性限 r	再现性限 R
TiO ₂	0.27~7.67	$r=0.028+0.045\ 4m$	$R=0.016+0.100\ 6m$

注：本精密度数据是由 8 个实验室对 10 个水平的试料进行实验确定的。

参 考 文 献

- [1] GB/T 14506.3 硅酸盐岩石化学分析方法 第3部分：二氧化硅量测定
-