



中华人民共和国国家标准

GB/T 5687.11—2006

铬铁 钛含量的测定 二安替比林甲烷分光光度法

Ferrochromium—Determination of titanium content—
Diantipyrylmethane spectrophotometric method

2006-03-02 发布

2006-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

在 GB/T 5687《铬铁》总标题下包括若干独立部分,本标准是其中的一部分。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准起草单位:湖南铁合金集团有限公司。

本标准主要起草人:邓建春、邓志红。



铬铁 钛含量的测定 二安替比林甲烷分光光度法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室的实践经验。本标准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

本标准规定了用二安替比林甲烷分光光度法测定钛含量的原理、试剂和材料、仪器、取制样、分析步骤、结果计算、允许差和试验报告等内容。

本标准适用于铬铁中钛含量的测定，测量范围(质量分数)：0.010%~0.60%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过在本标准中的引用而成为本标准的条款。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标准，然而，鼓励根据本标准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标准。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 原理

试样用稀硫酸分解制备成硫酸溶液，或用过氧化钠熔融分解，然后制备为硫酸溶液。用亚硫酸钠、抗坏血酸还原铬、铁，在硫酸-盐酸介质中，二安替比林甲烷与钛形成黄色络合物。在分光光度计波长390 nm处测量其吸光度。

4 试剂与材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 过氧化钠(固体)。

4.2 硫酸(1+1)。

4.3 硫酸(1+3)。

4.4 硫酸(1+19)。

4.5 亚硫酸钠饱和溶液。

4.6 抗坏血酸溶液(80 g/L)；用时配制。

4.7 二安替比林甲烷溶液(15 g/L)；用盐酸(1+3)配制。

4.8 铁基体溶液(14 g/L)；称取适量三氯化铁，用硫酸(4.4)配制。

4.9 钛标准溶液：

4.9.1 称取0.1668 g经950℃灼烧到恒量的二氧化钛(>99.9%)于100 mL烧杯中，加入10 g硫酸铵、25 mL浓硫酸，加热至二氧化钛全部溶解，冷却。溶液移入盛有100 mL水的500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含200 μg钛。

4.9.2 移取25.00 mL溶液(4.9.1)于500 mL容量瓶中，用硫酸(1+19)稀释至刻度，混匀。此溶液1 mL含10.0 μg钛。

5 仪器

分析中使用通常的实验室仪器。

6 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样。高碳铬铁试样应通过 0.088 mm 筛孔,中、低、微碳铬铁应通过 1.68 mm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 试料量

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

钛含量(质量分数)/%	试料量/g
0.010~0.10	0.40
>0.10~0.60	0.10

7.2 空白试验

随同试料进行空白试验。使用酸溶解法的试料的空白试验加入 10 mL 铁基体溶液(4.8)。

7.3 测定

7.3.1 试料的分解

7.3.1.1 试料的酸溶解法

将试料(7.1)置于 150 mL 烧杯中,加入 20 mL 硫酸(4.3)盖上表面皿,低温加热至试料完全分解,取下冷却,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。以下按 7.3.2 操作。

7.3.1.2 试料的碱熔分解法

将试料(7.1)置于已盛有 5 g 过氧化钠(4.1)的铁坩埚中,混匀后,再覆盖 2 g 过氧化钠(4.1),于酒精喷灯上熔融,至坩埚内试料呈亮红色流体状后继续熔 1 min,取下,稍冷。

注:也可在 750℃ 的高温炉中熔融 10 min。

置于盛有 80 mL 热水的塑料杯中浸出融块,洗净坩埚。用 25 mL 硫酸(4.2)酸化,边加边搅拌,冷却,移入 200 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。以下按 7.3.2 操作。

7.3.2 显色与测定

移取 20.00 mL 试液(7.3.1.1 或 7.3.1.2)各两份分别置于两个 50 mL 容量瓶中,滴加 6 滴亚硫酸钠饱和溶液(4.5),加 5 mL 抗坏血酸溶液(4.6),混匀。

显色液:加入 20 mL 二安替比林甲烷溶液(4.7),用水稀释至刻度,混匀。

参比液:用水稀释至刻度混匀。

室温放置 30 min,于分光光度计波长 390 nm 处,用适当的吸收皿,测量其吸光度。

7.4 校准曲线的绘制

7.4.1 移取 0、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、5.00 mL、7.00 mL 钛标准溶液(4.9.2),分别置于 50 mL 容量瓶中,滴加 6 滴亚硫酸钠饱和溶液(4.5),加 5 mL 抗坏血酸溶液(4.6),混匀。室温放置 30 min,于分光光度计波长 390 nm 处,用适当的吸收皿,以试剂空白为参比,测量其吸光度。

7.4.2 校准曲线系列每一溶液的吸光度减去零浓度溶液的吸光度为钛校准曲线系列的净吸光度,以钛量(μg)为横坐标,净吸光度为纵坐标,绘制校准曲线。

8 分析结果的计算

按式(1)计算试样中的钛含量(质量分数),其数值用%表示。

$$w(\text{Ti}) = \frac{m_1 - m_0}{m \times \gamma \times 10^6} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

m_0 ——空白试验查得的钛量，单位为微克(μg)。

m_1 ——校准曲线上查得的钛量，单位为微克(μg)。

m ——试料量，单位为克(g)。

γ ——试液的分取比。

9 允许差

实验之间分析结果的差值不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

钛含量(质量分数)	允许差
0.010~0.050	0.005
>0.050~0.10	0.01
>0.10~0.30	0.02
>0.30~0.60	0.04

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 鉴别试料、实验室和分析日期的资料；
- 遵守本规定的程度；
- 分析结果及其表示；
- 测定中观察到的异常现象；
- 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作。