ICS 77.120.99
H 63

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 568.6—2008
代替 YS/T 568.6—2006

氧化锆、氧化铪化学分析方法
钛量的测定
二安替吡啉甲烷分光光度法

Chemical analysis methods for zirconium oxide and hafnium oxide
-Determination of titamium content
—Diantipyrylmethane spectrophotometric method

2008-03-12 发布　　2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前　言

YS/T 568《氧化锆、氧化铪化学分析方法》共分为 11 个部分：

——第 1 部分　氧化锆和氧化铪量的测定　苦杏仁酸重量法

——第 2 部分　铁量的测定　磺基水杨酸分光光度法

——第 3 部分　硅量的测定　硅钼蓝分光光度法

——第 4 部分　铝量的测定　铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法

——第 5 部分　钠量的测定　火焰原子吸收光谱法

——第 6 部分　钛量的测定　二安替吡啉甲烷分光光度法

——第 7 部分　磷量的测定　锑盐-抗坏血酸-磷钼蓝分光光度法

——第 8 部分　氧化锆中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、铪量的测定　电感耦合等离子体发射光谱法

——第 9 部分　氧化铪中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、锆量的测定　电感耦合等离子体发射光谱法

——第 10 部分　锰量的测定　高碘酸钾分光光度法

——第 11 部分　镍量的测定　α-联呋喃甲酰二肟分光光度法

本部分为第 6 部分。

本部分代替 YS/T 568.6-2006《氧化锆、氧化铪中钛量的测定》(原 GB/T 2590.6-1981)。

本部分与 YS/T 568.6-2006 相比主要变化如下：

——工作曲线范围由 0~120μg /50mL 调整为 0~150μg/50mL。

——增加了“7.1 重复性”条款。

——增加了“8 质量保证与控制”条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由广州有色金属研究院、北京有色金属研究总院起草。

本部分主要起草人：麦丽碧、戴凤英、张永进、刘天平、王木兰

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 2590.6-1981、YS/T 568.6-2006

氧化锆、氧化铪化学分析方法 钛量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法

1 范围

本标准规定了氧化锆、氧化铪中钛含量的测定方法。

本标准适用于氧化锆、氧化铪中钛含量的测定。测定范围：0.005%～2.5%。

2 方法提要

试样以硫酸、硫酸铵溶解（或用氢氟酸和硝酸分解，加硫酸冒烟赶去氢氟酸），加入草酸掩蔽主体锆、铪，以抗坏血酸消除铁的干扰。在硫酸介质中，钛与二安替吡啉甲烷形成黄色络合物，于分光光度计波长 430nm 处，测其吸光度。

3 试剂

3.1 硫酸铵。

3.2 盐酸(r1.19g/mL)。

3.3 硫酸(r1.84g/mL)。

3.4 氢氟酸(r1.13g/mL)。

3.5 硝酸(r1.42 g/mL)。

3.6 二安替吡啉甲烷溶液(50g/L)：称取 20 克二安替吡啉甲烷,置于 500 毫升烧杯中,加入 400 毫升盐酸(1+24),加热并搅拌至完全溶解,冷却,过滤至棕色瓶中。

3.7 草酸溶液(100g/L)。

3.8 抗坏血酸溶液(10g/L):用时现配。

3.9 硫酸（1＋1）

3.10 钛标准贮存溶液：称取 1.0000 克金属钛[w(Ti)≥99.9%],置于 250 毫升铂皿中,加入少量水后慢慢滴加氢氟酸((3.4)使其溶解,再滴加硝酸(3.5)将低价钛完全氧化,加入 10 毫升硫酸(3.3),摇匀。在电炉上蒸发至冒白烟,取下。冷却,用水移入 1000 毫升容量瓶中,用硫酸(1+19)稀释至刻度。此溶液 1 毫升含 1.00 毫克钛。

3.11 钛标准溶液：称取 25 毫升钛标准贮存溶液(3.10), 置于 250 毫升容量瓶中,加入 15 毫升硫酸(1+1),用水稀释至刻度, 摇匀。此溶液 1 毫升含 100μg 钛。

4 仪器

分光光度计

5 分析步骤

5.1 试料

称取 0.10 或 0.20g 试样，精确至 0.0001g。

5.2 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.4 测定

5.4.1 将试料(5.1)置于 100 毫升干烧杯中，加入 2 克硫酸铵(3.1)和 2 毫升硫酸(3.3),盖上表皿,在电炉上

加热至试样完全溶解。[或将试料置于 100 毫升聚四氟乙烯烧杯中，吹少量水，加入 2 毫升氢氟酸(3.4)和 2 毫升硝酸(3.5)，在电炉上微热使其溶解，加入 2 毫升硫酸(3.3)，继续加热至冒硫酸烟赶去氢氟酸。]冷却，加入 7 毫升草酸溶液(3.7)，稍稍加热。冷却，按表 1 移入容量瓶中。按表 1 分取试液，并补加硫酸（3.9）和草酸溶液（3.7）。

表 1

钛的质量分数 w/%	试液总体积 V_0/mL	分取试液体积 V_1/mL	硫酸（1+1）体积 V/mL	草酸溶液(3.7)体积 V/mL
0.005~0.1	50	全量	—	—
0.1~1.0	50	10	3.2	5.6
1.0~2.5	100	5	3.8	6.7

5.4.2 加入 1 毫升抗坏血酸溶液(3.8)，摇匀。稍待片刻，加入 4 毫升盐酸(3.2)，15 毫升二安替吡啉甲烷溶液(3.6)，用水稀释至刻度，摇匀。打开瓶塞，于沸水浴中加热 30min。

5.4.3 冷却后，按表 2 将部分溶液(5.4.2)移入吸收皿中，以水作参比，于分光光度计波长 430nm 处测量其吸光度，减去随同试料的空白试验溶液的吸光度，从工作曲线上查出相应的钛量。

表 2

钛的质量分数 w/%	吸收池 l/cm
>1~2.5	1
>0.1~1	2
0.005~0.1	3

5.4 工作曲线的绘制

移取 0, 0.10, 0.30, 0.50, 0.70, 0.90, 1.20, 1.50 毫升钛标准溶液(3.11)，分别置于一组 50 毫升容量瓶中，加入 4 毫升硫酸(3.9)，7 毫升草酸溶液(3.7)，以下按 5.4.2 进行。冷却后，将部分溶液移入吸收皿中，以水作参比，于分光光度计波长 430nm 处测量其吸光度，绘制工作曲线。

6 分析结果的计算

按式（1）计算钛的质量分数(%)：

$$w(Ti)=\frac{m_1\times10^{-6}\times V_0}{m_0\times V_1} \qquad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（1）$$

式中：

m_1——自工作曲线上查得的钛量，μg；

m_0——试料的质量， g；

V_1——分取试液体积， mL；

V_0 ——试液总体积， mL。

7 精密度

7.1 重复性条款

在在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）情况不超过 5%。重复性限（r）按以下数据采用线性内插法求得：

表 3

钛质量分数 w / %	重复性限 r / %
0.0104	0.0028
0.0801	0.0020
1.00	0.050
注：重复性限（r）为 2.8×Sr，Sr 为重复性标准差。	

7.2 允许差

实验室间分析结果的差值应不大于表4所列允许差。

表4

钛的质量分数 w/%	允许差/% Δ/%
0.0050~0.0080	0.0006
>0.0080~0.0400	0.0015
>0.0400~0.100	0.006
>0.100~0.500	0.010
>0.500~1.00	0.03
>1.00~2.50	0.05

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业级标准样品（当前两者没有时，也可用控制标样代替），每月或每两月校核一次本分析方法的有效性。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。