中华人民共和国国家标准

钨化学分析方法 二安替比林甲烷光度法测定钛量

UDC 669.27:543
.42:546.821

GB 4324.19—84

**Methods for chemical analysis of tungsten
The diantipyrylmethane photometric method for
the determination of titanium content**

本标准适用于钨粉、钨条、三氧化钨、钨酸、仲钨酸铵中钛量的测定。测定范围：0.0005～0.012%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样以氢氧化钠分解（钨粉、钨条预先用过氧化氢分解处理），以氢氧化铁为载体与主体钨分离，不溶残渣与氢氧化物沉淀连同滤纸一起在瓷坩埚内灰化后用焦硫酸钾熔融，熔块用盐酸－酒石酸铵混合液浸出，铁（Ⅲ）干扰，可加抗坏血酸还原予以消除。钛与二安替比林甲烷生成稳定的黄色络合物，于分光光度计波长395nm处测量其吸光度。

2 试剂

2.1 氢氧化钠（优级纯）。

2.2 焦硫酸钾（优级纯）。

2.3 过氧化氢（比重1.10，优级纯）。

2.4 抗坏血酸溶液（10%）。

2.5 二安替比林甲烷溶液（5%）：5 g二安替比林甲烷溶于100ml盐酸（1 + 9）中。用时配制。

2.6 盐酸－酒石酸铵混合液：100ml溶液中含有16ml盐酸（比重1.19）和4 g酒石酸铵。

2.7 铁溶液：称取0.863g硫酸高铁铵〔$FeNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$〕溶于100ml水中，此溶液1 ml含1.00mg铁。

2.8 钛标准溶液

2.8.1 称取0.1668g预先于600℃灼烧至恒量的二氧化钛（99.9%以上），置于石英坩埚中。加入2 g焦硫酸钾在600℃熔融至透明，冷却。将熔块移入200ml烧杯中，加入20ml硫酸（1 + 1）溶解熔块，待完全溶解后移入1000ml容量瓶中并用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含0.10mg钛。

2.8.2 移取10.00ml钛标准溶液（2.8.1），置于100ml容量瓶中，用硫酸（1 + 19）稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含10μg钛。

3 试样

钨条应粉碎并通过120目筛网。

4 分析步骤

4.1 测定数量

分析时应称取三份试样进行测定，测定值应在室内允许差之内，取其平均值。

4.2 试样量

国家标准局1984-04-12发布　　1985-03-01实施

按表 1 称取试样量。

表 1

钛，%	0.0005	>0.0005～0.005	>0.005～0.012
试样量，g	1.000	0.5000	0.2000

4.3 空白试验

随同试样做空白试验。

4.4 测定

4.4.1 将试样（4.2）置于50ml烧杯中，加入2 ml铁溶液（2.7）、1.5g氢氧化钠（2.1）〔钨粉、钨条预先用过氧化氢（2.3）分解〕，加热溶解后，置于水浴或低温电炉上静置20min。

4.4.2 用中速定量滤纸过滤，用含有少量氢氧化铵的热水洗涤烧杯3次、洗涤沉淀6～7次，再用热水洗滤纸和沉淀3次。将沉淀连同滤纸置于30ml瓷坩埚中，灰化。

4.4.3 加入2 g焦硫酸钾（2.2），在600℃熔融至透明。

4.4.4 冷却，加入15ml盐酸－酒石酸铵混合液（2.6）浸出于原烧杯中，加热使熔块完全溶解。

4.4.5 移入50ml比色管中，加入10ml盐酸－酒石酸铵混合液（2.6）、5 ml抗坏血酸溶液（2.4），混匀，放置5 min后，加入10ml二安替比林甲烷溶液（2.5），用水稀释至刻度，混匀。室温放置40min。

4.4.6 将部分溶液移入3 cm比色皿中，以随同试样所做空白为参比，于分光光度计波长395nm处测量其吸光度。从工作曲线上查出相应的钛量。

4.5 工作曲线的绘制

4.5.1 移取0.00，0.50，1.00，2.00，3.00，4.00，5.00 ml钛标准溶液（2.8.2），分别置于一组50ml比色管中，加入25ml盐酸－酒石酸铵混合液（2.6）、5 ml抗坏血酸溶液（2.4），混匀，放置5min后，加入10ml二安替比林甲烷溶液（2.5），用水稀释至刻度，混匀。室温放置40min。

4.5.2 将部分溶液移入3 cm比色皿中，以试剂空白为参比，于分光光度计波长395 nm处测量其吸光度。以钛量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5 分析结果的计算

按下式计算钛的百分含量：

$$\mathrm{Ti}\ (\%) = \frac{m_1}{m} \times 100$$

式中：m_1——从工作曲线上查得的钛量，g；

m——试样量，g。

6 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2 所列允许差。

表 2

%

钛　　量	允 许 差
0.0005～0.0008	0.0003
>0.0008～0.0020	0.0005
>0.0020～0.0050	0.0008
>0.0050～0.0080	0.0015
>0.008～0.012	0.002

附加说明：

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由株洲硬质合金厂负责起草。

本标准由宝鸡有色金属研究所、宝鸡有色金属加工厂起草。

本标准主要起草人杨嫦英。