

中华人民共和国国家标准

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量

GB/T 4698.2—1996

代替 GB 3829.1—83
GB 4698.2—84

Sponge titanium, titanium and titanium
alloys—Determination of iron content—
1,10-Phenanthroline spectrophotometric method

第一篇 海绵钛中铁量的测定

1 主题内容与适用范围

本标准规定了海绵钛中铁含量的测定方法。

本标准适用于海绵钛中铁含量的测定。测定范围：0.020%~0.400%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定
GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

3 方法原理

试料用盐酸-氢氟酸溶解，以盐酸羟胺氧化低价钛。在酒石酸盐存在下，铁(Ⅱ)与1,10-二氮杂菲生成橙红色络合物，于分光光度计波长510 nm处测量其吸光度。

4 试剂

- 4.1 氢氟酸(ρ 1.15 g/ml)，优级纯。
- 4.2 硼酸饱和溶液。
- 4.3 盐酸(1+1)。
- 4.4 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。
- 4.5 酒石酸钾钠溶液(200 g/L)。
- 4.6 乙酸铵溶液(500 g/L)。
- 4.7 1,10-二氮杂菲溶液(2.5 g/L)。
- 4.8 铁标准贮存溶液：称取0.5000 g金属铁(>99.99%)，置于200 ml烧杯中，加入30 ml盐酸(4.3)，加热溶解，冷却。移入1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含500 μ g铁。
- 4.9 铁标准溶液：移取10.00 ml铁标准贮存溶液(4.8)，置于500 ml容量瓶中，加入10 ml盐酸(4.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含10 μ g铁。

5 仪器

分光光度计。

6 分析步骤

6.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1

铁含量, %	试料量, g	分取试液体积, ml
0.010~0.050	1.000 0	40.00
>0.050~0.100	1.000 0	20.00
>0.100~0.200	0.500 0	10.00
>0.200~0.400	0.500 0	5.00

6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 按表 1 称取试料,置于 250 ml 聚乙烯杯中,加入 40 ml 盐酸(4.3)、2 ml 氢氟酸(4.1),置于沸水浴中加热至试料完全溶解。加入 80 ml 硼酸饱和溶液(4.2),冷却,移入 200 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 按表 1 分取试液,置于 100 ml 容量瓶中。

6.3.3 加入 5 ml 盐酸羟胺溶液(4.4),用水稀释至 60 ml 左右,加入 5 ml 1,10-二氮杂菲溶液(4.7),混匀,加入 2 ml 酒石酸钾钠溶液(4.5),用乙酸铵溶液(4.6)调节试液酸度至 pH3.5~4.5,用水稀释至刻度,混匀。放置 10 min。

6.3.4 移取部分试液于 3 cm 吸收皿中,以随同试料的空白溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铁量。

6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 ml 铁标准溶液(4.9),分别置于一组 100 ml 容量瓶中,以下按 6.3.3 条进行。

6.4.2 移取部分溶液于 3 cm 吸收皿中,以标准系列中零浓度溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

7 分析结果的计算与表述

按公式(1)计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: m_1 ——从工作曲线上查得的铁量, μg ;

V_0 ——试液总体积, ml;

V_1 ——分取试液体积, ml;

m_0 ——试料的质量, g。

8 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

%

铁含量	允许差
0.020~0.040	0.015
>0.040~0.100	0.025
>0.100~0.200	0.035
>0.200~0.400	0.045

第二篇 钛及钛合金中铁量的测定

9 主题内容与适用范围

本标准规定了钛及钛合金中铁含量的测定方法。

本标准适用于钛及钛合金中铁含量的测定。测定范围:0.010%~3.00%。

10 引用标准

- GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定
 GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定
 GB 7729 冶金产品化学分析 分光光度法通则

11 方法原理

试料用硫酸溶解,在弱酸性介质中,铁(Ⅱ)与 1,10-二氮杂菲生成橙红色络合物,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。

显色溶液中含 1.0 mg 以上铬、4.0 mg 以上钒时有干扰,于参比溶液中加入同量铬可消除铬的干扰;显色溶液放置过夜后,测量其吸光度可消除钒的干扰。其他元素均不干扰测定。

12 试剂

- 12.1 硝酸(ρ 1.42 g/ml),优级纯。
 12.2 硫酸(1+1),优级纯。
 12.3 氨水(1+1)。
 12.4 酒石酸铵溶液(200 g/L),过滤后使用。
 12.5 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。
 12.6 乙酸钠饱和溶液。
 12.7 1,10-二氮杂菲溶液(2 g/L):称取 1 g 1,10-二氮杂菲,溶于 25 ml 乙醇中,移入 500 ml 容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。
 12.8 铁标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铁(>99.95%),置于 100 ml 烧杯中,加入 30 ml 盐酸(1+1),加热溶解,冷却,移入 1 000 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 ml 含 1.0 mg 铁。
 12.9 铁标准溶液:移取 50.00 ml 铁标准贮存溶液(12.8)于 500 ml 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 ml 含 100 μ g 铁。

12.10 铬标准溶液:称取 1.000 0 g 金属铬($\geq 99.9\%$),置于 150 ml 烧杯中,加入 10 ml 盐酸($\rho 1.19$ g/ml),加热溶解,加入 5 ml 硫酸(12.2),蒸发至冒硫酸烟,冷却。加入 50 ml 水,混匀,冷却。移入 100 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 ml 含 1.0 mg 铬。

13 仪器

分光光度计。

14 分析步骤

14.1 试料

按表 3 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 3

铁含量, %	试料量, g	试液总体积, ml	分取试液体积, ml	加入乙酸钠饱和溶液(12.6), ml	加入氨水(12.3), ml
0.010~0.20	0.500 0	100	20.00	25	15
>0.20~1.00	0.500 0	200	10.00	25	0
>1.00~3.00	0.250 0	200	5.00	15	0

14.2 空白试验

随同试料做空白试验。

14.3 测定

14.3.1 将试料(14.1)置于 150 ml 烧杯中,加入 40 ml 硫酸(12.2),盖上表皿,加热溶解,滴加盐酸羟胺溶液(12.5)至溶液紫色消失。冷却。如试料为 Ti-32Mo,则加入 40 ml 硫酸(12.2),加热后滴加硝酸(12.1)至试料溶解,继续加热至冒硫酸烟,加入 50 ml 水,冷却。

14.3.2 按表 1 移入相应的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。按表 1 移取部分溶液于 100 ml 容量瓶中。

14.3.3 加入 5 ml 盐酸羟胺溶液(12.5)、10 ml 酒石酸铵溶液(12.4),用水稀释至约 40 ml,混匀。

14.3.4 按表 1 加入乙酸钠饱和溶液(12.6)和氨水(12.3),混匀。加入 5 ml 1,10-二氮杂菲溶液(12.7),如显色溶液中含铜、镍、钴等,则补加 5 ml 1,10-二氮杂菲溶液(12.7),用水稀释至刻度,混匀。放置 15 min,如显色溶液中含 4.0 mg 以上钒时,则放置过夜。

14.3.5 参比溶液:

14.3.5.1 如果分取试液中含铬量不大于 1.0 mg,则以空白试验溶液为参比溶液。

14.3.5.2 如果分取试液中含铬量大于 1.0 mg,则在空白试验溶液稀释至刻度前,加入铬标准溶液(12.10),使其含铬量与分取试液中含铬量相同,再用水稀释至刻度,混匀。

14.3.6 移取部分溶液于 1 cm 吸收皿中,以参比溶液(14.3.5)为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铁量。

14.4 工作曲线的绘制

14.4.1 移取 0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50 ml 铁标准溶液(12.9),分别置于一组 100 ml 容量瓶中,分别加入与分取部分溶液中相同量的硫酸(12.2),以下按 14.3.3~14.3.4 条进行。

14.4.2 移取部分溶液于 1 cm 吸收皿中,以标准系列中零浓度溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

15 分析结果的计算与表述

按公式(2)计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中： m_1 ——自工作曲线上查得的铁量， μg ；

V_0 ——试液的总体积，ml；

V_1 ——分取试液的体积，ml；

m_0 ——试料的质量，g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4

%

铁含量	允许差
0.010~0.050	0.005
>0.050~0.20	0.010
>0.20~1.00	0.04
>1.00~3.00	0.08

附加说明：

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北有色金属研究院负责起草。

本标准由西北有色金属研究院起草。

本标准主要起草人李波、章林庆、何玉琴。