

# 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 钼蓝分光光度法测定硅量

GB/T 4698.3—1996

代替 GB 3829.2—83

Sponge titanium, titanium and titanium  
alloys—Determination of silicon content  
—Molybdenum blue spectrophotometric method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了海绵钛中硅量的测定。

本标准适用于海绵钛中硅量的测定。测定范围：0.010%~0.060%。

### 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

试料用氢氟酸溶解，以硼酸络合氟离子，用高锰酸钾氧化后，使钛水解成沉淀析出。在 pH1.3~1.5 时加入钼酸铵，使硅形成硅钼杂多酸，经还原成钼蓝后，过滤分离，于分光光度计波长 700 nm 处测量其吸光度。

### 4 试剂

- 4.1 硼酸，优级纯。
- 4.2 氢氟酸(1+1)，优级纯。
- 4.3 氢氧化铵(1+1)。
- 4.4 钼酸铵溶液(100 g/L)，保存于聚乙烯塑料瓶中。
- 4.5 酒石酸溶液(500 g/L)。
- 4.6 高锰酸钾溶液(50 g/L)，保存于石英器皿中。
- 4.7 高锰酸钾溶液(10 g/L)，保存于石英器皿中。
- 4.8 还原剂溶液：称取 0.5 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸及 10 g 无水亚硫酸钠于 250 ml 烧杯中，加 100 ml 水溶解，加入 1 ml 冰乙酸，用水稀释至 200 ml。有效期约一周。
- 4.9 硫酸(0.5 mol/L)。
- 4.10 硅标准贮存溶液：移取 0.213 9 g 预先在 1 000℃灼烧 1 h 并置于干燥器中冷却至室温的二氧化硅(99.9%)和 5 g 无水碳酸钠，置于铂坩埚中混匀，放入 950℃高温炉中熔融 15 min，冷却。移入烧杯中，加入 300 ml 热水，加热搅拌，浸出熔块，用水洗净坩埚，冷却，移入 1 000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。立即移入干燥的聚乙烯塑料瓶中。此溶液 1 ml 含 0.1 mg 硅。

国家技术监督局 1996-11-04 批准

1997-04-01 实施

4.11 硅标准溶液:移取 20.0 ml 硅标准贮存溶液(4.10),置于 100 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。立即移入干燥的聚乙烯塑料瓶中。此溶液 1 ml 含 20  $\mu\text{g}$  硅。

## 5 仪器

分光光度计。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 0.5 g 试样,精确至 0.000 1 g。

### 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 250 ml 聚乙烯杯(带盖)中,加 40 ml 水。

6.3.2 缓慢滴入 4.0 ml 氢氟酸(4.2),待试料完全溶解,加入 100 ml 水、5 g 硼酸(4.1),摇动使之溶解。

6.3.3 在摇动下滴加高锰酸钾溶液(4.6)至溶液无色,再滴加高锰酸钾溶液(4.7)至微红并过量 1 滴,盖严杯盖,置于沸水浴中加热 1.5 h。

6.3.4 取下聚乙烯杯,冷却至 20~30 $^{\circ}\text{C}$ ,用氢氧化铵(4.3)和硫酸(4.9)调节溶液酸度至 pH1.3~1.5,加入 7 ml 钼酸铵溶液(4.4),混匀。放置 20 min。

6.3.5 加入 7 ml 酒石酸(4.5),混匀,立即加入 5 ml 还原剂溶液(4.8),混匀,将溶液连同沉淀移入 200 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。放置 30 min。

6.3.6 用 9 cm 定量滤纸干过滤,先将溶液注满滤纸,待先注满的溶液滤完后,弃去,再过滤其余溶液。

6.3.7 将部分滤液(6.3.6)移入 3 cm 吸收皿中,以水为参比,于分光光度计波长 700 nm 处测其吸光度,减去随同试料的空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的硅量。

### 6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 分别称取 0.500 g 金属钛(硅含量小于 0.003%),置于一组 250 ml 聚乙烯杯(带盖)中,分别加入 0,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00 ml 硅标准溶液(4.11),加水至 40 ml,以下按 6.3.2~6.3.6 条进行。

6.4.2 将部分滤液(6.4.1)移入 3 cm 吸收皿中,以水为参比,于分光光度计波长 700 nm 处测量其吸光度,以硅量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算与表述

按下式计算硅的百分含量:

$$\text{Si}(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

式中:  $m_1$ ——自工作曲线查得的硅量,  $\mu\text{g}$ ;

$m_0$ ——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下表所列允许差。

表 1

%

硅含量	允许差
0.010~0.020	0.007
>0.020~0.040	0.010
>0.040~0.060	0.012

**附加说明：**

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由抚顺铝厂负责起草。

本标准由抚顺铝厂起草。

本标准主要起草人计春雷、吴志懋、章林庆。