

中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

氧化锆、氧化钪中钛量的测定
(二安替吡啉甲烷吸光度法)

GB 2590.6—81

总则及一般规定按GB 1467—78执行。

1. 方法提要

试样以硫酸、硫酸铵溶解，加入草酸掩蔽主体锆、钪，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，于波长430nm处，测其吸光度。

测定范围：0.005~2.5%。

2. 试剂

硫酸铵。

盐酸（比重1.19）。

硫酸（比重1.84）、（1+1）。

草酸溶液（10%）。

抗坏血酸溶液（1%）：用时现配。

二安替吡啉甲烷溶液（5%）：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。

钛标准溶液：

（甲）称取1.0000克金属钛（99.9%以上），置于250毫升铂皿中，加入少量水后慢慢滴加氢氟酸（比重1.15）使其溶解，再滴加硝酸（比重1.42）将低价钛完全氧化，加入10毫升硫酸（比重1.84），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。

（乙）移取25.00毫升溶液（甲），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100微克钛。

3. 分析步骤

称取0.1000或0.2000克试样（随同试样做试剂空白），置于100毫升干烧杯中，加入2克硫酸铵和2毫升硫酸（比重1.84），盖上表皿，在电炉上加热至试样完全溶解。冷却，加入7毫升10%草酸溶液，稍稍加热。冷却，用水移入50毫升容量瓶中¹，加入1毫升1%抗坏血酸溶液，摇匀。稍待片刻，加入4毫升盐酸（比重1.19）、15毫升5%二安替吡啉甲烷溶液，用水稀释至刻度，摇匀。打开瓶塞，于沸水浴中加热30分钟。冷却后，移入3厘米液槽中²，以试剂空白作参比，在分光光度计上，于波长430nm处，测其吸光度。从工作曲线上查出相应的钛量。

工作曲线的绘制：

移取0.00、0.10、0.30、0.50、0.70、0.90、1.20毫升钛标准溶液（乙），分别置于一组50毫升容量瓶中，加入4毫升硫酸（1+1）、7毫升10%草酸溶液、1毫升1%抗坏血酸溶液，以下按分析步骤操作，以不加钛标准溶液的显色液作参比，测其吸光度。绘制工作曲线。

钛的百分含量按下式计算：

国家标准总局发布
中华人民共和国冶金工业部 提出

1982年3月1日 实施
冶金工业部有色金属研究总院 起草

$$\text{Ti}(\%) = \frac{r \times 10^{-6}}{W \times \frac{V_1}{V}} \times 100$$

式中： r ——自工作曲线上查得的钛量（微克）；

V ——试液总体积（毫升）；

V_1 ——分取试液体积（毫升）；

W ——称样量（克）。

4. 允许差

钛含量（%）	允许差（%）
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

注：① 钛含量0.1~1.0%时，将溶液移入50毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。分取10毫升试液于50毫升容量瓶中，加入3.2毫升硫酸（1+1）、5.6毫升10%草酸溶液，以下按分析步骤操作。钛含量1.0~2.5%时，将溶液移入100毫升容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。分取5毫升试液于50毫升容量瓶中，加入3.8毫升硫酸（1+1）、6.7毫升10%草酸溶液，以下按分析步骤操作。

② 钛含量1~2.5%；0.1~1%；0.005~0.1%使用的液槽分别为1、2、3厘米。