



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4324.19—2012  
代替 GB/T 4324.19—1984

GB/T 4324.19—2012

## 钨化学分析方法 第 19 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法

Methods for chemical analysis of tungsten—  
Part 19: Determination of titanium content—  
The diantipyrylmethane photometric spectrophotometry

中华人民共和国  
国家标准  
钨化学分析方法  
第 19 部分：钛量的测定  
二安替比林甲烷分光光度法  
GB/T 4324.19—2012

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)  
网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字  
2013 年 5 月第一版 2013 年 5 月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-47181 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 4324.19—2012

2012-12-31 发布

2013-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 5 试样

钨条应粉碎并通过 0.125 mm 筛网。

## 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

| 钛的质量分数/% | 0.000 5~0.005 | >0.005~0.012 |
|----------|---------------|--------------|
| 试样量/g    | 0.50          | 0.20         |

## 6.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

## 6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

## 6.4 测定

6.4.1 将试料(6.1)置于 50 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 2 mL 铁溶液(3.7)、10 mL 氢氧化钠溶液(3.3)[钨粉、钨条、蓝钨、紫钨及碳化钨预先用 10 mL~20 mL 过氧化氢(3.2)分解],加热溶解后,置于水浴或低温电炉上静置 20 min。

6.4.2 用中速定量滤纸过滤,用热氨水洗液洗涤烧杯 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 30 mL 瓷坩埚中,灰化。

6.4.3 加入 2 g 焦硫酸钾(3.1),在 600 °C 熔融至透明。冷却,加入 15 mL 盐酸-酒石酸铵混合液(3.6)浸出于原烧杯中,加热使熔块完全溶解。

6.4.4 移入 50 mL 比色管中,加入 10 mL 盐酸-酒石酸铵混合液(3.6)、5 mL 抗坏血酸溶液(3.4),混匀。放置 5 min 后,加入 10 mL 二安替比林甲烷溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。室温放置 40 min。

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

## 6.5 工作曲线的绘制

6.5.1 移取 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 钛标准溶液(3.10),分别置于一组 50 mL 比色管中,加入 25 mL 盐酸-酒石酸铵混合液(3.6)、5 mL 抗坏血酸溶液(3.4),混匀,放置 5 min 后,加入 10 mL 二安替比林甲烷溶液(3.5),用水稀释至刻度,混匀。室温放置 40 min。

6.5.2 将部分溶液移入 3 cm 吸收皿中,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。

## 7 分析结果的计算

钛含量以钛的质量分数  $w_{Ti}$  计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

## 前 言

GB/T 4324《钨化学分析方法》分为 28 个部分:

- 第 1 部分:铅量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 2 部分:铋量的测定 氢化物原子吸收光谱法;
- 第 3 部分:锡量的测定 氢化物原子吸收光谱法;
- 第 4 部分:锑量的测定 氢化物原子吸收光谱法;
- 第 5 部分:砷量的测定 氢化物原子吸收光谱法;
- 第 6 部分:铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;
- 第 7 部分:钴量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 8 部分:镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法、火焰原子吸收光谱法和丁二酮肟重量法;
- 第 9 部分:镉量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和火焰原子吸收光谱法;
- 第 10 部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 11 部分:铝量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 12 部分:硅量的测定 氯化-钼蓝分光光度法;
- 第 13 部分:钙量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 14 部分:氯化挥发后残渣量的测定 重量法;
- 第 15 部分:镁量的测定 火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 16 部分:灼烧损失量的测定 重量法;
- 第 17 部分:钠量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 18 部分:钾量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 19 部分:钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法;
- 第 20 部分:钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 21 部分:铬量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 22 部分:锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 23 部分:硫量的测定 燃烧电导法和高频燃烧红外吸收法;
- 第 24 部分:磷量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 25 部分:氧量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法;
- 第 26 部分:氮量的测定 脉冲加热惰气熔融-热导法和奈氏试剂分光光度法;
- 第 27 部分:碳量的测定 高频燃烧红外吸收法;
- 第 28 部分:钨量的测定 硫氰酸盐分光光度法。

本部分为 GB/T 4324 的第 19 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4324.19—1984《钨化学分析方法 二安替比林甲烷光度法测定钛量》。本部分与 GB/T 4324.19—1984 相比,主要技术变化如下:

- 适用范围中增加了“蓝钨、紫钨、偏钨酸铵及碳化钨”;
- 测定数量由“称取三份测定”改为“独立地进行两次测定”;
- 补充了精密度条款;
- 增加了“前言”及“试验报告”内容,并对标准格式进行了编辑性修改。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:西北有色金属研究院、西安凯立化工有限公司、西部金属材料股份有限公司、赣州有色冶金研究所、深圳市格林美高新技术股份有限公司、宝钛集团有限公司。

本部分主要起草人:孙宝莲、李波、杨嫦英、周恺、张之翔、杨平平、张斌、翟通德、曾华灵、刘琮、朱丽、文永忠。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4324.19—1984。

## 钨化学分析方法

### 第 19 部分:钛量的测定

#### 二安替比林甲烷分光光度法

#### 1 范围

GB/T 4324 的本部分规定了钨中钛量的测定方法。

本部分适用于钨粉、钨条、三氧化钨、蓝钨、紫钨、钨酸、偏钨酸铵、仲钨酸铵及碳化物中钛量的测定。测定范围为 0.000 5%~0.012%。

#### 2 方法提要

试样以氢氧化钠分解(钨粉、钨条、蓝钨、紫钨及碳化物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,融块用盐酸-酒石酸铵混合液浸出,铁(Ⅲ)的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 395 nm 处测量其吸光度。

#### 3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 3.1 焦硫酸钾(优级纯)。
- 3.2 过氧化氢( $\rho=1.10$  g/mL),优级纯。
- 3.3 氢氧化钠溶液(150 g/L),用优级纯氢氧化钠配制。
- 3.4 抗坏血酸溶液(100 g/L)。
- 3.5 二安替比林甲烷溶液(50 g/L):5 g 二安替比林甲烷溶于 100 mL 盐酸(1+9)中。用时配制。
- 3.6 盐酸-酒石酸铵混合液:100 mL 溶液中含有 16 mL 盐酸( $\rho=1.19$  g/mL)和 4 g 酒石酸铵。
- 3.7 铁溶液:称取 0.863 g 硫酸高铁铵 $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 100 mL 水中,此溶液 1 mL 含 1 mg 铁。
- 3.8 氨水洗液(1+99)。
- 3.9 钛标准贮存溶液:称取 0.166 8 g 预先于 600 °C 烧灼至恒重的二氧化钛( $w_{\text{TiO}_2} \geq 99.99\%$ ),置于石英坩埚中。加入 2 g 焦硫酸钾在 600 °C 熔融至透明,冷却,将熔块移入 200 mL 烧杯中,加入 20 mL 硫酸(1+1)溶解熔块,待完全溶解后,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  钛。
- 3.10 钛标准溶液:移取 10.00 mL 钛标准贮存溶液(3.9)于 100 mL 容量瓶中,用硫酸(1+19)稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 10  $\mu\text{g}$  钛。

#### 4 仪器

分光光度计。