

表 3 再现性

质量分数/%	R/%
0.017	0.003 0
0.025	0.004 0
0.087	0.010

10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- 试样；
- 本部分编号(包括发布或出版年号)；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

GB/T 14849.9—2015



中华人民共和国国家标准

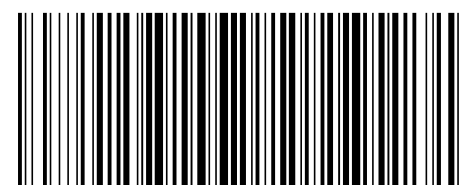
GB/T 14849.9—2015

工业硅化学分析方法

第 9 部分：钛含量的测定

二安替吡啉甲烷分光光度法

Methods for chemical analysis of silicon metal—
Part 9: Determination of titanium content—
Diantipyryl methane spectrophotometry



GB/T 14849.9—2015

版权专有 侵权必究

*

书号: 155066 · 1-52389

定价: 14.00 元

2015-09-11 发布

2016-06-01 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

钛质量分数 $>0.10\%$ ~ 0.30% 时,转移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。移取 10.00 mL 试液,置于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至约 20 mL。

7.4.2 于试液(7.4.1)中加入 10 mL 盐酸(4.8),用水稀释至约 30 mL,加入抗坏血酸溶液 5 mL,摇匀,放置 5 min,加入二安替吡啉甲烷溶液 10 mL,用水稀释至刻度,混匀,放置 30 min。

7.4.3 将部分试液(7.4.2)移入 1 cm 比色皿中,以随同试料的空白溶液(7.3)为参比,于波长 388 nm 处测量其吸光度。从工作曲线上查得钛量。

7.5 工作曲线的绘制

7.5.1 移取 0.00 mL、0.20 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 钛标准溶液(4.12)分别置于一组 50 mL 容量瓶中,以下按 7.4.2 进行。

7.5.2 将部分溶液(7.5.1)移入 1 cm 比色皿中,以试剂空白溶液为参比,于波长 388 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。

8 分析结果的计算

钛的含量按式(1)计算,以钛质量分数 w_{Ti} 计,数值以%表示,按 GB/T 8170 的规定来表示和判定。

$$w_{Ti} = \frac{m_1 \times k \times 10^{-6}}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——自工作曲线上查得的钛量,单位为微克(μg);

k ——稀释倍数;

m_0 ——试料的质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,这两个测试结果的绝对值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按表 2 数据采用线性内插法求得。

表 2 重复性

质量分数/%	r /%
0.017	0.002 0
0.025	0.003 0
0.087	0.007 0

9.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值范围内,两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再现性限(R)的情况不超过 5%,再现性限(R)按表 3 数据采用线性内插法求得。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
工业硅化学分析方法
第 9 部分:钛含量的测定
二安替吡啉甲烷分光光度法

GB/T 14849.9—2015

*

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(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

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 10 千字
2015 年 9 月第一版 2015 年 9 月第一次印刷

*

书号:155066·1-52389 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

而有结晶析出,可将试剂瓶置于温水中加热使结晶溶解。

4.11 钛标准贮存溶液:称取 0.166 9 g 预先在 105 ℃ 烘至恒量并保存于干燥器中的二氧化钛(基准试剂)于 250 mL 烧杯中,加入硫酸铵 5 g,硫酸(4.6)30 mL 盖上表面皿,于电炉上加热溶解。待二氧化钛完全溶解后取下冷至室温,用水吹洗表面皿及杯壁,转入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钛。

4.12 钛标准溶液:移取 25.00 mL 钛标准贮存溶液(4.11)置于 100 mL 容量瓶中,加入 4 mL 硫酸(4.6),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 25 μg 钛。

5 仪器

紫外可见分光光度计。

6 试样

试样应通过 0.149 mm 标准筛,用磁铁除铁。

7 分析步骤

7.1 试料

按表 1 中规定的质量称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 1 试样量

钛质量分数/%	试样量/g
0.001 0~0.020	0.50
>0.020~0.050	0.20
>0.050~0.10	0.10
>0.10~0.30	0.20

7.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 将试料(7.1)置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,用少许水润湿,加入 10 mL 氢氟酸(4.4),室温下溶解 3 min,加入 10 mL 硝酸(4.7),盖上烧杯盖,置于电炉板上加热分解样品,必要时补加适量氢氟酸(4.4)和硝酸(4.7),直至样品完全溶解,冲洗烧杯盖及杯壁,加入 5 mL 高氯酸(4.3),继续加热至冒高氯酸烟,蒸至约 1 mL,取下;加入 10 mL 硫酸(4.6),继续加热至冒硫酸烟,蒸至约 1 mL,取下,加约 10 mL 水,加热使盐类溶解,冷至室温。

钛质量分数 0.001 0%~0.10%时,转移入 50 mL 容量瓶中,用水稀释至约 20 mL。

前 言

GB/T 14849《工业硅化学分析方法》分为 11 个部分:

- 第 1 部分:铁含量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法;
- 第 2 部分:铝含量的测定 铬天青-S 分光光度法;
- 第 3 部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法、偶氮氯膦 I 分光光度法;
- 第 4 部分:杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 5 部分:杂质元素含量的测定 X 射线荧光光谱法;
- 第 6 部分:碳含量的测定 红外吸收法;
- 第 7 部分:磷含量的测定 磷钼蓝分光光度法;
- 第 8 部分:铜含量的测定 原子吸收光谱法;
- 第 9 部分:钛含量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法;
- 第 10 部分:汞含量的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法;
- 第 11 部分:六价铬含量的测定 二苯碳酰二肼分光光度法。

本部分为 GB/T 14849 的第 9 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由中国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位:昆明冶金研究院。

本部分参加起草单位:云南永昌硅业股份有限公司、云南省出入境检验检疫局、中国铝业股份有限公司郑州研究院、昆明冶研新材料股份有限公司、浙江合盛硅业有限公司、通州标准技术服务有限公司。

本部分主要起草人:赵德平、刘英波、王云舟、杨毅、刘光榕、石磊、刘维理、安中庆、周娅、聂长虹、匡祝香、赵建为、金波、胡智毅、滕亚君、张洁、程堆强、张云晖、唐飞、汤珊。