

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 5-Br-PADAP 分光光度法测量铌量

GB/T 4698.22—1996

Sponge titanium, titanium and titanium
alloys—Determination of niobium content—
2-(5-Bromo-2-pyridylazo)-5-Diethylaminophenol
spectrophotometric method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钛合金中铌含量的测定方法。

本标准适用于钛合金中铌含量的测定。测定范围:0.20%~3.00%。

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

试料用硫酸溶解,在酒石酸和 EDTA 的存在下,在酸性介质中铌与 5-Br-PADAP 生成有色络合物,于分光光度计波长 610 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 硝酸(ρ 1.42 g/ml)。

4.2 硫酸(1+1)。

4.3 酒石酸溶液(240 g/L)。

4.4 酒石酸溶液(60 g/L)。

4.5 氨水(1+1)。

4.6 硫酸(5+95)。

4.7 EDTA($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$)溶液(20 g/L)。

4.8 5-Br-PADAP[2-(5-Br-2 吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚]乙醇溶液(0.3 g/L)。

4.9 钛基体溶液:称取 0.10 g 金属钛(>99.95%)于 100 ml 烧杯中,加入 10 ml 硫酸(4.2)加热溶解,滴加硝酸(4.1)至溶液紫色消失,继续加热至溶液刚冒硫酸烟,冷却,移入 200 ml 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 ml 含 0.5 mg 钛。

4.10 铌标准贮存溶液:称取 0.715 3 g 五氧化二铌(>99.95%)于铂坩埚中,加入 10 g 焦硫酸钾,于喷灯上加热熔融至溶解完全,冷却,用热的酒石酸溶液(100 g/L)浸出熔块,置于 500 ml 烧杯中,在不断搅拌下加热使溶液澄清,冷却,移入 500 ml 容量瓶中,以酒石酸溶液(100 g/L)稀释至刻度,混匀。此溶液

国家技术监督局 1996-11-04 批准

1997-04-01 实施