

# 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 1,10-二氮杂菲分光光度法测定铁量

GB/T 4698.2—1996

代替 GB 3829.1—83  
GB 4698.2—84

Sponge titanium, titanium and titanium  
alloys—Determination of iron content—  
1,10-Phenanthroline spectrophotometric method

### 第一篇 海绵钛中铁量的测定

#### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了海绵钛中铁含量的测定方法。

本标准适用于海绵钛中铁含量的测定。测定范围：0.020%~0.400%。

#### 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

试料用盐酸-氢氟酸溶解，以盐酸羟胺氧化低价钛。在酒石酸盐存在下，铁(Ⅱ)与1,10-二氮杂菲生成橙红色络合物，于分光光度计波长510 nm处测量其吸光度。

#### 4 试剂

- 4.1 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/ml)，优级纯。
- 4.2 硼酸饱和溶液。
- 4.3 盐酸(1+1)。
- 4.4 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。
- 4.5 酒石酸钾钠溶液(200 g/L)。
- 4.6 乙酸铵溶液(500 g/L)。
- 4.7 1,10-二氮杂菲溶液(2.5 g/L)。
- 4.8 铁标准贮存溶液：称取0.5000 g金属铁(>99.99%)，置于200 ml烧杯中，加入30 ml盐酸(4.3)，加热溶解，冷却。移入1000 ml容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含500  $\mu$ g铁。
- 4.9 铁标准溶液：移取10.00 ml铁标准贮存溶液(4.8)，置于500 ml容量瓶中，加入10 ml盐酸(4.3)，用水稀释至刻度，混匀。此溶液1 ml含10  $\mu$ g铁。

## 5 仪器

分光光度计。

## 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

铁含量, %	试料量, g	分取试液体积, ml
0.010~0.050	1.000 0	40.00
>0.050~0.100	1.000 0	20.00
>0.100~0.200	0.500 0	10.00
>0.200~0.400	0.500 0	5.00

## 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

## 6.3 测定

6.3.1 按表 1 称取试料,置于 250 ml 聚乙烯杯中,加入 40 ml 盐酸(4.3)、2 ml 氢氟酸(4.1),置于沸水浴中加热至试料完全溶解。加入 80 ml 硼酸饱和溶液(4.2),冷却,移入 200 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 按表 1 分取试液,置于 100 ml 容量瓶中。

6.3.3 加入 5 ml 盐酸羟胺溶液(4.4),用水稀释至 60 ml 左右,加入 5 ml 1,10-二氮杂菲溶液(4.7),混匀,加入 2 ml 酒石酸钾钠溶液(4.5),用乙酸铵溶液(4.6)调节试液酸度至 pH3.5~4.5,用水稀释至刻度,混匀。放置 10 min。

6.3.4 移取部分试液于 3 cm 吸收皿中,以随同试料的空白溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查出相应的铁量。

## 6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 2.00, 4.00, 6.00, 8.00, 10.00 ml 铁标准溶液(4.9),分别置于一组 100 ml 容量瓶中,以下按 6.3.3 条进行。

6.4.2 移取部分溶液于 3 cm 吸收皿中,以标准系列中零浓度溶液为参比,于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度。以铁量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算与表述

按公式(1)计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $m_1$ ——从工作曲线上查得的铁量,  $\mu\text{g}$ ;

$V_0$ ——试液总体积, ml;

$V_1$ ——分取试液体积, ml;

$m_0$ ——试料的质量, g。