

# SN

## 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0551—1996

上海市技术监督研究所
登记号 QT 973620

### 出口硅铁中钛量的测定 二氨替比林甲烷分光光度法

Determination of titanium content in  
ferrosilicon for export—Diantipyrylmethane photometric method

1996-07-10 发布

1996-12-01 实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局 发布

## 前 言

本标准是根据 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则》对标准起草与表述规则要求,并参考 SN/T 0001—1995规定了出口硅铁中钛量的二氨替比林甲烷分光光度测定法。在概述要素中增加了前言。

自 1996 年 12 月 1 日起,所有出口硅铁中钛测定都应符合本规定。

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准起草单位:中华人民共和国甘肃进出口商品检验局。

本标准起草人:李秀英。

# 中华人民共和国进出口商品检验行业标准

## 出口硅铁中钛量的测量 二氨替比林甲烷分光光度法

SN/T 0551—1996

Determination of titanium content in  
ferrosilicon for export—Diantipyrylmethane photometric method

### 1 范围

本标准规定了用二安替比林甲烷分光光度法测定硅铁中钛量的方法。

本标准适用于硅铁中钛量的测定。测定范围：0.005%~1.000%。

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成本标准的条文，在本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨，使用下列标准最新版本的可能性。

GB 7729—87 冶金产品化学分析 分光光度法通则

GB/T 4010—94 铁合金化学分析用试样的采取和制备

### 3 方法提要

试料用氢氟酸、硝酸溶解，硫酸冒烟除氟后，残渣用盐酸溶解，铁(Ⅲ)、铬(VI)用抗坏血酸还原，在1.2~3.0 mol/L 盐酸介质中，钛与二安替比林甲烷生成黄色络合物，在390 nm处测其吸光度。

在显色液中铝、钙量小于2 mg，锰、磷量小于1 mg均无干扰，铬、铁有干扰，铬、铁的干扰可用抗坏血酸消除，因铁的存在使吸光度偏高，故在工作曲线中加入适量铁以消除基体干扰。

络合化学反应式：



### 4 试剂和材料

4.1 氢氟酸( $\rho$ 1.15 g/mL)。

4.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/mL)。

4.3 硫酸(1+1)。

4.4 盐酸(1+1)。

4.5 盐酸(1+3)。

4.6 抗坏血酸溶液10%(m/m)，用时现配。

4.7 二安替比林甲烷溶液5%(m/m)：用盐酸(1+11)配制。

4.8 铁标准溶液：准确称取1.5000 g纯铁粉于400 mL烧杯中，加入30 mL盐酸(4.4)，数滴过氧化氢(30%)，盖上表面皿，加热溶解后，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1.5 mg铁。

4.9 钛标准溶液：

中华人民共和国国家进出口商品检验局1996-07-10批准

1996-12-01实施

4.9.1 称取 0.166 8 g 经 950℃ 灼烧至恒重的二氧化钛(基准试剂),置于 400 mL 烧杯中,加 2~5 g 硫酸铵,40~50 mL 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)盖上表面皿,加热溶解后,冷却,移入盛有 450 mL 水的烧杯中,冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(1+9)稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.1 mg 钛。

4.9.2 移取 10.00 mL 钛标准溶液(4.9.1)置于 100 mL 容量瓶中,用硫酸(1+9)稀释至刻度,混匀,此溶液 1 mL 含 0.01 mg 钛。

4.10 本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和蒸馏水或相应纯度的水。

## 5 仪器与设备

5.1 分光光度计。

5.2 分析天平 感量 0.1 mg。

## 6 试料的取制

按照 GB/T 4010—94 铁合金化学分析用试样的采取和制备规定进行取制。

## 7 分析步骤

### 7.1 测定次数

称取两份试料进行平行测定,取其平均值。

### 7.2 试料

按表 1 称取试料(6),准确至 0.000 2 g。

表 1

含钛量, %	试样量, g
<0.005~0.100	0.500 0
>0.100 0~0.500	0.300 0
>0.500~1.000	0.100 0

### 7.3 空白试验

空白试验除不加试料外,须与测定采用完全相同的分析步骤、试剂和用量进行平行操作。

### 7.4 测定

7.4.1 将试料(7.2)置于铂皿中,加入 5 mL 氢氟酸(4.1),缓慢滴加 3~5 mL 硝酸(4.2),置于恒温电炉上加热至试样溶解。加入 2 mL 硫酸(4.3),蒸发至驱尽硫酸烟,取下稍冷,沿皿壁加入 15 mL 盐酸(4.5),加热溶解盐类,取下冷却,移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.4.2 移取 10.00 mL 试液(7.4.1)置于 50 mL 容量瓶,加入 5 mL 抗坏血酸溶液(4.6),加 15 mL 盐酸(4.4),混匀,放置 5 min,加入 10 mL 二安替比林甲烷溶液(4.7),用水稀释至刻度,混匀,于室温放置 20 min 以上。

7.4.3 将部分显色液(7.4.2)移入 1 cm 比色皿中,以随同试料所做的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 390 nm 处测其吸光度。从工作曲线上查出相应的钛量。

### 7.5 工作曲线的绘制

移取 0、1.00、3.00、5.00、7.00、10.00 mL 钛标准溶液(4.9.2),分别置于一组 50 mL 容量瓶,分别加入 5 mL 铁标准溶液(4.8),以下按分析步骤 7.4.2~7.4.3 进行测量其吸光度。以钛量为横坐标,以吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 8 计算

按下式计算钛的百分含量：

$$\text{Ti}(\%) = \frac{m_1 V}{m V_1} \times 100$$

式中： $m_1$ ——从工作曲线上查得的钛量，g；

$V$ ——试液总体积，mL；

$V_1$ ——分取试液体积，mL；

$m$ ——试料量，g。

## 9 允许差

9.1 取平行测定结果的算术平均值为测定结果。

9.2 平行测定结果的相对差值应符合表 2 要求。

表 2

钛含量，%(m/m)	相对差值，%(m/m)
0.005~0.010	30
>0.01~0.05	20
>0.05~0.1	20
>0.1~0.5	15
>0.5~1.0	10



SN/T0551-1996

中国标准出版社出版 中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

1996年11月第一版 1996年11月第一次印刷 书号:155066·2-11183