

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 568.6—2008
代替 YS/T 568.6—2006

氧化锆、氧化铪化学分析方法 钛量的测定 二安替吡啉甲烷分光光度法

Chemical analysis methods for zirconium oxide and hafnium oxide—
Determination of titanium content—
Diantiprylmethane spectrophotometric method

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

国家发展和改革委员会 发布

前 言

YS/T 568《氧化锆、氧化铪化学分析方法》共分为 11 个部分：

- 第 1 部分：氧化锆和氧化铪含量的测定 苦杏仁酸重量法；
- 第 2 部分：铁量的测定 磺基水杨酸分光光度法；
- 第 3 部分：硅量的测定 硅钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：铝量的测定 铬天青 S-氯化十四烷基吡啶分光光度法；
- 第 5 部分：钠量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：钛量的测定 二安替吡啶甲烷分光光度法；
- 第 7 部分：磷量的测定 钼盐-抗坏血酸-磷钼蓝分光光度法；
- 第 8 部分：氧化锆中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、铪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 9 部分：氧化铪中铝、钙、镁、锰、钠、镍、铁、钛、锌、钼、钒、铪量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法；
- 第 10 部分：锰量的测定 高碘酸钾分光光度法；
- 第 11 部分：镍量的测定 α -联吡啶甲酰二肼分光光度法。

本部分为第 6 部分。

本部分代替 YS/T 568.6—2006《氧化锆、氧化铪中钛量的测定》(原 GB/T 2590.6—1981)。

本部分与 YS/T 568.6—2006 相比主要变化如下：

- 工作曲线范围由 0~2.4 $\mu\text{g/mL}$ 调整为 0~3.0 $\mu\text{g/mL}$ ；
- 增加了“7.1 重复性”条款；
- 增加了“8 质量保证与控制”条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由北京有色金属研究总院、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由广州有色金属研究院、北京有色金属研究总院起草。

本部分主要起草人：麦丽碧、戴凤英、张永进、刘天平、王木兰。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 2590.6—1981、YS/T 568.6—2006。

氧化锆、氧化钪化学分析方法

钛量的测定

二安替吡啉甲烷分光光度法

1 范围

本部分规定了氧化锆、氧化钪中钛含量的测定方法。

本部分适用于氧化锆、氧化钪中钛含量的测定。测定范围:0.005%~2.5%。

2 方法提要

试样以硫酸、硫酸铵溶解(或用氢氟酸和硝酸分解,加硫酸冒烟赶走氢氟酸),加入草酸掩蔽主体锆、钪,以抗坏血酸消除铁的干扰。在硫酸介质中,钛与二安替吡啉甲烷形成黄色络合物,于分光光度计波长 430 nm 处测量其吸光度。

3 试剂

3.1 硫酸铵。

3.2 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.3 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

3.4 氢氟酸(ρ 1.13 g/mL)。

3.5 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

3.6 二安替吡啉甲烷溶液(50 g/L):称取 20 g 二安替吡啉甲烷,置于 500 mL 烧杯中,加入 400 mL 盐酸(1+24),加热并搅拌至完全溶解,冷却,过滤至棕色瓶中。

3.7 草酸溶液(100 g/L)。

3.8 抗坏血酸溶液(10 g/L):用时现配。

3.9 硫酸(1+1)。

3.10 钛标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属钛[$w(\text{Ti}) \geq 99.9\%$],置于 250 mL 铂皿中,加入少量水后慢慢滴加氢氟酸(3.4)使其溶解,再滴加硝酸(3.5)将低价钛完全氧化,加入 10 mL 硫酸(3.3),摇匀,在电炉上蒸发至冒白烟,取下、冷却。用水移入 1 000 mL 容量瓶中,用硫酸(1+19)稀释至刻度。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 钛。

3.11 钛标准溶液:移取 25 mL 钛标准贮存溶液(3.10),置于 250 mL 容量瓶中,加入 15 mL 硫酸(3.9),用水稀释至刻度,摇匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钛。

4 仪器

分光光度计。

5 分析步骤

5.1 试料

按表 1 称取试样,精确至 0.000 1 g。

5.2 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。