

## 生铁中钛元素的快速光度分析

王 勇, 李刚, 李建军

(山东张店钢铁总厂, 山东 淄博 255007)

摘 要: 采用变色酸光度法对生铁中钛元素进行分析, 改进原繁琐操作。试验证明, 该方法操作简便, 结果符合国标允许差要求, 且缩短了钛元素的分析时间, 适用于炉前快速分析。

关键词: 生铁; 钛; 光度法

中图分类号: 0657.3 文献标识码: B 文章编号: 1004-4620(2000)04-0044-02

### Quick Analysis of Titanium Element in Pig Iron by Photometry

WANG Yong, Li Gang, Li Jian-jun

(Zhandian Iron and Steel General Works, Zibo 55007, China)

Abstract: Taking on chromotropic acid photometry to analyze titanium element in pig iron the complex operation is changed to simpleness. The experimental result proves that this method has the characters of simpleness and convenience. This method can reduce the analyzing time for determining titanium element, and it is suitable to quick analysis in field. The analysis result can meet the requirements of admissible error of national standard.

Key words: pig iron; titanium; photometry

## 1 前言

生铁中钛元素的现行分析法一般较为繁琐, 不适用于炉前生产的快速分析。本试验采用变色酸光度法, 并对其进行了一定的改进, 以便适应快速分析工作。试验表明, 本方法较为简便、快速, 准确度高。

## 2 试验方法

### 2.1 试剂和仪器

硝酸: 1:4; 高锰酸钾: 4%水溶液; 亚硫酸钠: 10%水溶液; 抗坏血酸: 3%水溶液

变色酸溶液(3%): 3g变色酸, 加3g亚硫酸钠用水溶解稀释至100mL, 过滤于棕色瓶中贮存。

721型分光光度计; 2cm石英比色皿

### 2.2 试验方法

称取0.2g试样于150mL三角瓶中,加入30mL1:4硝酸加热溶解。然后加入6滴4%高锰酸钾溶液,加热30s,再加入10滴亚硫酸钠,使红色褪去。继续加热30s,过滤到100mL容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。移液10mL,准确加入5mL3%抗坏血酸溶液和6mL3%变色酸溶液,静置1min,于波长490nm处,用2cm比色皿测其吸光度,在工作曲线上查得结果。

### 2.3 工作曲线的绘制

取钛含量不同的相应生铁标样3个以上,按2.2方法操作,测得吸光度,绘制工作曲线。

## 3 试验数据及分析

### 3.1 试验数据

按试验方法对5个标样进行重复分析,将数据列入表1。

表1 试验数据

| 标样序号 | 生铁BH2012-4 | 生铁7125 | 铸铁BH2007-3B | 铸铁GSBH41007-93 | 铬钼铜合金 铸铁BH2047-5 |       |
|------|------------|--------|-------------|----------------|------------------|-------|
| 标样含量 | 0.049      | 0.052  | 0.055       | 0.079          | 0.081            |       |
| 吸光度  | 1          | 0.275  | 0.290       | 0.335          | 0.435            | 0.508 |
|      | 2          | 0.270  | 0.280       | 0.355          | 0.435            | 0.495 |
|      | 3          | 0.270  | 0.280       | 0.335          | 0.430            | 0.490 |

注:标样BH2047-5含铬较高,为难溶合金,采用高氯酸发烟进行挥铬。

### 3.2 数据分析

标样含量(y)与吸光度(x)存在以下线性关系:

$$y=a+bx$$

根据测得吸光度,做工作曲线,查得结果,或利用最小二乘法,求得线性方程:

$$y=0.0088+0.1493x$$

计算出结果,对结果进行分析,列入表2。

表2 结果分析

| 标样编号    | BH2012-4 | 7125  | BH2007-3B | GSBH41007-93 | BH2047-5 |       |
|---------|----------|-------|-----------|--------------|----------|-------|
| 标样含量, % | 0.049    | 0.052 | 0.055     | 0.079        | 0.081    |       |
| 测得值     | 1        | 0.049 | 0.052     | 0.058        | 0.077    | 0.083 |
|         | 2        | 0.048 | 0.050     | 0.062        | 0.074    | 0.083 |
|         | 3        | 0.048 | 0.049     | 0.058        | 0.072    | 0.082 |
| 平均值X    | 0.048    | 0.050 | 0.059     | 0.074        | 0.083    |       |

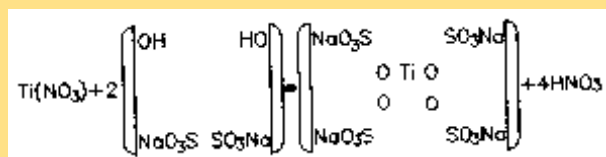
|                                  |       |       |       |       |       |
|----------------------------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 标准偏差S <sup>(1)</sup>             | 0.001 | 0.002 | 0.002 | 0.003 | 0.001 |
| 统计量t <sub>0</sub> <sup>(2)</sup> | 1.73  | 1.73  | 3.46  | 2.89  | 3.46  |
| 极差R, %                           | 0.001 | 0.003 | 0.004 | 0.005 | 0.001 |
| 最大偏差Δ                            | 0.001 | 0.003 | 0.007 | 0.007 | 0.002 |
| 国标允许差, %                         | 0.004 | 0.008 | 0.008 | 0.008 | 0.008 |

注: (1) 标准偏差 $S = [\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2 / (n-1)]^{(1/2)}$ ; (2) 统计量 $t_0 = (X - u) S / n^{1/2}$

试验结果表明极差R、标准偏差S都很小,最大偏差Δ均小于国标允许差,证实此方法能较好地掩蔽干扰,精密度较高,准确度较高。对数据进行统计检验,查t分布位数表知 $t(0.05, 2) = 4.30$ ,可得 $t_0$ 小于t,故结果无显著差异,该方法对以上标样来说不存在系统误差。因此用本方法测定生铁中的钛符合国标要求。

### 3.3 条件试验及分析

#### 3.3.1 主要反应 主要反应式为:

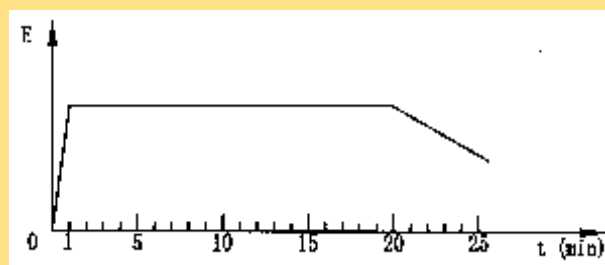


3.3.2 波长的选择根据资料,于波长470~490nm处比色,所测得吸光度最高且稳定,有较高的灵敏度<sup>[1]</sup>,故本试验选择波长490nm。

3.3.3 掩蔽剂的选择试验试验条件下,分别采用5%草酸溶液与3%抗坏血酸溶液进行掩蔽。经草酸掩蔽后的溶液加入显色剂后呈深黄色,有时出现橙黄色;而经抗坏血酸掩蔽后的溶液加入显色剂后呈现正常的橙红色,即(Ti-变色酸)配合物的颜色。故本试验采用抗坏血酸为掩蔽剂。

3.3.4 酸度的选择试验分别试用1:1、1:2、1:4、1:6的硝酸溶液,使用1:4硝酸溶解试样并按试验步骤操作后的显色溶液,经pH试纸测得其pH值在2~3之间。此酸度下溶液呈现较正常的橙红色,灵敏度较高,故选择1:4的硝酸溶解试样。

3.3.5 稳定性试验对几组标样进行稳定性试验,其吸光度结果见图。



吸光度曲线

由图看出,比色液在1~20min内吸光度比较稳定,随着时间的延长,吸光度略有下降。

3.3.6 温度的影响试验温度在15~35℃对结果没有影响,故试验可在室温下正常进行。

## 4 结论

4.1 本试验研究了生铁中钛元素的快速光度分析方法,对原有繁琐操作进行了一定改进,确定了最佳测定条件,试验出较理想的测定方法,测得结果符合国标允许差要求。

4.2 本试验方法操作简便,大大缩短了钛元素的分析时间,整个试验过程可在10mi n内完成,适用于炉前快速分析。

4.3 本试验方法已应用于山东张店钢铁总厂生铁分析中,在1998年冶炼日本需求的低钛铁时进行炉前快速分析,提供了可靠检验数据,产品出口质量符合日商要求。

参考文献:

(1) 鞍钢钢铁研究所。沈阳钢铁研究所编。实用冶金分析——方法与基础. 沈阳: 辽宁科学技术出版社出版, 1990. 132~134

---

[返回上页](#)