



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.1~4698.25—1996

---

## 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

Chemical analysis of sponge titanium,  
titanium and titanium alloys

1996-11-04 发布

1997-04-01 实施

---

国家技术监督局 发布

# 目 录

|                   |                 |                                       |    |
|-------------------|-----------------|---------------------------------------|----|
| GB/T 4698.1—1996  | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 铜试剂分光光度法测定铜量 .....                    | 1  |
| GB/T 4698.2—1996  | 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 ...                | 4  |
| GB/T 4698.3—1996  | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 钼蓝分光光度法测定硅量 .....                     | 9  |
| GB/T 4698.4—1996  | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 高碘酸盐分光光度法测定锰量 .....                   | 12 |
| GB/T 4698.5—1996  | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 硫氰酸盐分光光度法测定钼量 .....                   | 15 |
| GB/T 4698.6—1996  | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 次甲基蓝萃取分光光度法测定硼量 .....                 | 18 |
| GB/T 4698.7—1996  | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法测定<br>氮量 .....         | 21 |
| GB/T 4698.8—1996  | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 碱分离-EDTA 络合滴定法测定铝量 ...                | 25 |
| GB/T 4698.9—1996  | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 碘酸钾滴定法测定锡量 .....                      | 28 |
| GB/T 4698.10—1996 | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 硫酸亚铁铵滴定法测定铬量(含钒) ...                  | 31 |
| GB/T 4698.11—1996 | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 硫酸亚铁铵滴定法测定铬量(不含钒)<br>.....            | 34 |
| GB/T 4698.12—1996 | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 硫酸亚铁铵滴定法测定钒量 .....                    | 37 |
| GB/T 4698.13—1996 | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | EDTA 络合滴定法测定锆量 .....                  | 40 |
| GB/T 4698.14—1996 | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 库仑法测定碳量 .....                         | 43 |
| GB/T 4698.15—1996 | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 真空加热气相色谱法测定氢量 .....                   | 46 |
| GB/T 4698.16—1996 | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 惰气熔融库仑法测定氧量 .....                     | 49 |
| GB/T 4698.17—1996 | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 火焰原子吸收光谱法测定镁量 .....                   | 52 |
| GB/T 4698.18—1996 | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 火焰原子吸收光谱法测定锡量 .....                   | 56 |
| GB/T 4698.19—1996 | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 硫氰酸盐示差分光光度法测定钼量 ...                   | 60 |
| GB/T 4698.20—1996 | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 高碘酸钾分光光度法测定锰量 .....                   | 62 |
| GB/T 4698.21—1996 | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 发射光谱法测定锰、铬、镍、铝、钼、锡、钒、<br>钇、铜、锆量 ..... | 65 |
| GB/T 4698.22—1996 | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 5-Br-PADAP 分光光度法测量铈量 ...              | 69 |
| GB/T 4698.23—1996 | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 氯化亚锡-碘化钾分光光度法测定钨量<br>.....            | 72 |
| GB/T 4698.24—1996 | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 丁二酮肟分光光度法测定镍量 .....                   | 75 |
| GB/T 4698.25—1996 | 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 | 硫化银分光光度法测定氯量 .....                    | 78 |

# 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 铜试剂分光光度法测定铜量

GB/T 4698.1—1996

代替 GB 4698.1—84

Sponge titanium, titanium and titanium  
alloys—Determination of copper content  
—Diethyldithiocarbamate spectrophotometric method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了钛合金中铜含量的测定方法。

本标准适用于钛合金中铜含量的测定。测定范围:0.10%~5.00%。

### 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,以柠檬酸络合钛,在氨性介质中有保护胶存在下,铜与铜试剂生成棕黄色胶体悬浮物,于分光光度计波长 445 nm 处测其吸光度。

显色液中含有 0.1 mg 以上的铬对测定有正干扰,可在测量吸光度的参比溶液中加入相应量的铬,消除其干扰。

### 4 试剂

4.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/ml)。

4.2 氨水( $\rho$ 0.90 g/ml)。

4.3 硫酸(1+1)。

4.4 柠檬酸溶液(100 g/L)。

4.5 阿拉伯树胶溶液(5 g/L)。加热溶解,用时配制。

4.6 二乙基二硫代氨基甲酸钠(铜试剂)溶液(5 g/L)。

4.7 铜标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铜( $\geq$ 99.95%)于 400 ml 烧杯中,加入 20 ml 硝酸(1+1),加热溶解并蒸发至近干,加入 10 ml 硫酸(4.3),加热蒸发至冒硫酸烟,冷却。加入 50 ml 水。煮沸至盐类溶解,冷却,移入 1 000 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 ml 含 1 mg 铜。

4.8 铜标准溶液:移取 10.00 ml 铜标准贮存溶液(4.7)于 100 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 ml 含 100  $\mu$ g 铜。

4.9 铬标准溶液:称取 0.100 g 金属铬( $\geq$ 99.9%)于 150 ml 烧杯中,加入 10 ml 盐酸( $\rho$ 1.19 g/ml),加热溶解,加入 5 ml 硫酸(4.3),蒸发至冒硫酸烟,冷却,加入 50 ml 水,混匀,冷却。移入 100 ml 容量瓶中,

国家技术监督局 1996-11-04 批准

1997-04-01 实施

用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 ml 含 1 mg 铬。

## 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

| 铜含量, %     | 试料量, g  | 试液总体积, ml | 分取试液体积, ml |
|------------|---------|-----------|------------|
| 0.10~0.50  | 0.500 0 | 100       | 10.00      |
| >0.50~2.00 | 0.500 0 | 250       | 5.00       |
| >2.00~5.00 | 0.200 0 | 250       | 5.00       |

### 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 200 ml 烧杯中,加入 40 ml 硫酸(4.3),加热至试料溶解。滴加硝酸(4.1)至溶液紫色消失,加热煮沸除去氮的氧化物,冷却。

6.3.2 按表 1 将溶液移入适当的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。按表 1 分取部分试液于 100 ml 容量瓶中。

6.3.3 加水至约 50 ml,加入 10 ml 柠檬酸溶液(4.4)、10 ml 氨水(4.2)、10 ml 阿拉伯胶溶液(4.5),混匀。加入 10 ml 铜试剂溶液(4.6),用水稀释至刻度,混匀。

#### 6.3.4 参比溶液:

6.3.4.1 如果分取试液中含铬不大于 0.1 mg,以空白试验溶液为参比溶液。

6.3.4.2 如果分取试液中含铬大于 0.1 mg,则在空白试验溶液稀释至刻度前,加入铬标准溶液(4.9),使其含铬量与分取试液中含铬量相同,再以水稀释至刻度,混匀。

6.3.5 将部分溶液移入 2 cm 吸收皿中,以参比溶液(6.3.4)为参比,于分光光度计波长 445 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查得相应的铜量。

### 6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50 ml 铜标准溶液(4.8)分别置于一组 100 ml 容量瓶中,以下按 6.3.3 条进行。

6.4.2 将部分溶液移入 2 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 445 nm 处测量其吸光度,以铜量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算与表述

按下式计算铜的百分含量:

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

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

$V_0$ ——试液总体积, ml;

$V_1$ ——分取试液体积, ml;

$m_0$ ——试料的质量,g。

## 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

| 铜含量        | 允许差  |
|------------|------|
| 0.10~0.40  | 0.04 |
| >0.40~1.00 | 0.08 |
| >1.00~3.00 | 0.12 |
| >3.00~5.00 | 0.20 |

### 附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北有色金属研究院负责起草。

本标准由西北有色金属研究院起草。

本标准主要起草人王彦君、郑炎官。

# 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。

## 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表2所列允许差。

表 2

%

| 铁含量          | 允许差   |
|--------------|-------|
| 0.020~0.040  | 0.015 |
| >0.040~0.100 | 0.025 |
| >0.100~0.200 | 0.035 |
| >0.200~0.400 | 0.045 |

## 第二篇 钛及钛合金中铁量的测定

## 9 主题内容与适用范围

本标准规定了钛及钛合金中铁含量的测定方法。

本标准适用于钛及钛合金中铁含量的测定。测定范围:0.010%~3.00%。

## 10 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

## 11 方法原理

试料用硫酸溶解,在弱酸性介质中,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。

显色溶液中含1.0 mg以上铬、4.0 mg以上钒时有干扰,于参比溶液中加入同量铬可消除铬的干扰;显色溶液放置过夜后,测量其吸光度可消除钒的干扰。其他元素均不干扰测定。

## 12 试剂

12.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/ml),优级纯。

12.2 硫酸(1+1),优级纯。

12.3 氨水(1+1)。

12.4 酒石酸铵溶液(200 g/L),过滤后使用。

12.5 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

12.6 乙酸钠饱和溶液。

12.7 1,10-二氮杂菲溶液(2 g/L):称取1 g 1,10-二氮杂菲,溶于25 ml乙醇中,移入500 ml容量瓶,用水稀释至刻度,混匀。

12.8 铁标准贮存溶液:称取1.000 0 g金属铁(>99.95%),置于100 ml烧杯中,加入30 ml盐酸(1+1),加热溶解,冷却,移入1 000 ml容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液1 ml含1.0 mg铁。

12.9 铁标准溶液:移取50.00 ml铁标准贮存溶液(12.8)于500 ml容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液1 ml含100  $\mu$ g铁。

12.10 铬标准溶液:称取 1.000 0 g 金属铬( $\geq 99.9\%$ ),置于 150 ml 烧杯中,加入 10 ml 盐酸( $\rho 1.19$  g/ml),加热溶解,加入 5 ml 硫酸(12.2),蒸发至冒硫酸烟,冷却。加入 50 ml 水,混匀,冷却。移入 100 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 ml 含 1.0 mg 铬。

### 13 仪器

分光光度计。

### 14 分析步骤

#### 14.1 试料

按表 3 称取试样,精确至 0.000 1 g。

表 3

| 铁含量, %     | 试料量, g  | 试液总体积, ml | 分取试液体积, ml | 加入乙酸钠饱和溶液(12.6), ml | 加入氨水(12.3), ml |
|------------|---------|-----------|------------|---------------------|----------------|
| 0.010~0.20 | 0.500 0 | 100       | 20.00      | 25                  | 15             |
| >0.20~1.00 | 0.500 0 | 200       | 10.00      | 25                  | 0              |
| >1.00~3.00 | 0.250 0 | 200       | 5.00       | 15                  | 0              |

#### 14.2 空白试验

随同试料做空白试验。

#### 14.3 测定

14.3.1 将试料(14.1)置于 150 ml 烧杯中,加入 40 ml 硫酸(12.2),盖上表皿,加热溶解,滴加盐酸羟胺溶液(12.5)至溶液紫色消失。冷却。如试料为 Ti-32Mo,则加入 40 ml 硫酸(12.2),加热后滴加硝酸(12.1)至试料溶解,继续加热至冒硫酸烟,加入 50 ml 水,冷却。

14.3.2 按表 1 移入相应的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。按表 1 移取部分溶液于 100 ml 容量瓶中。

14.3.3 加入 5 ml 盐酸羟胺溶液(12.5)、10 ml 酒石酸铵溶液(12.4),用水稀释至约 40 ml,混匀。

14.3.4 按表 1 加入乙酸钠饱和溶液(12.6)和氨水(12.3),混匀。加入 5 ml 1,10-二氮杂菲溶液(12.7),如显色溶液中含铜、镍、钴等,则补加 5 ml 1,10-二氮杂菲溶液(12.7),用水稀释至刻度,混匀。放置 15 min,如显色溶液中含 4.0 mg 以上钒时,则放置过夜。

##### 14.3.5 参比溶液:

14.3.5.1 如果分取试液中含铬量不大于 1.0 mg,则以空白试验溶液为参比溶液。

14.3.5.2 如果分取试液中含铬量大于 1.0 mg,则在空白试验溶液稀释至刻度前,加入铬标准溶液(12.10),使其含铬量与分取试液中含铬量相同,再用水稀释至刻度,混匀。

14.3.6 移取部分溶液于 1 cm 吸收皿中,以参比溶液(14.3.5)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。

#### 14.4 工作曲线的绘制

14.4.1 移取 0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50 ml 铁标准溶液(12.9),分别置于一组 100 ml 容量瓶中,分别加入与分取部分溶液中相同量的硫酸(12.2),以下按 14.3.3~14.3.4 条进行。

14.4.2 移取部分溶液于 1 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。

### 15 分析结果的计算与表述

按公式(2)计算铁的百分含量:

$$\text{Fe}(\%) = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

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

$V_0$ ——试液的总体积,  $\text{ml}$ ;

$V_1$ ——分取试液的体积,  $\text{ml}$ ;

$m_0$ ——试料的质量,  $\text{g}$ 。

## 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4

%

| 铁含量         | 允许差   |
|-------------|-------|
| 0.010~0.050 | 0.005 |
| >0.050~0.20 | 0.010 |
| >0.20~1.00  | 0.04  |
| >1.00~3.00  | 0.08  |

### 附加说明:

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北有色金属研究院负责起草。

本标准由西北有色金属研究院起草。

本标准主要起草人李波、章林庆、何玉琴

# 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 钼蓝分光光度法测定硅量

GB/T 4698.3—1996

代替 GB 3829.2—83

Sponge titanium, titanium and titanium  
alloys—Determination of silicon content  
—Molybdenum blue spectrophotometric method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了海绵钛中硅量的测定。

本标准适用于海绵钛中硅量的测定。测定范围:0.010%~0.060%。

### 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

试料用氢氟酸溶解,以硼酸络合氟离子,用高锰酸钾氧化后,使钛水解成沉淀析出。在 pH1.3~1.5 时加入钼酸铵,使硅形成硅钼杂多酸,经还原成钼蓝后,过滤分离,于分光光度计波长 700 nm 处测量其吸光度。

### 4 试剂

4.1 硼酸,优级纯。

4.2 氢氟酸(1+1),优级纯。

4.3 氢氧化铵(1+1)。

4.4 钼酸铵溶液(100 g/L),保存于聚乙烯塑料瓶中。

4.5 酒石酸溶液(500 g/L)。

4.6 高锰酸钾溶液(50 g/L),保存于石英器皿中。

4.7 高锰酸钾溶液(10 g/L),保存于石英器皿中。

4.8 还原剂溶液:称取 0.5 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸及 10 g 无水亚硫酸钠于 250 ml 烧杯中,加 100 ml 水溶解,加入 1 ml 冰乙酸,用水稀释至 200 ml。有效期约一周。

4.9 硫酸(0.5 mol/L)。

4.10 硅标准贮存溶液:移取 0.213 9 g 预先在 1 000℃灼烧 1 h 并置于干燥器中冷却至室温的二氧化硅(99.9%)和 5 g 无水碳酸钠,置于铂坩埚中混匀,放入 950℃高温炉中熔融 15 min,冷却。移入烧杯中,加入 300 ml 热水,加热搅拌,浸出熔块,用水洗净坩埚,冷却,移入 1 000 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。立即移入干燥的聚乙烯塑料瓶中。此溶液 1 ml 含 0.1 mg 硅。

国家技术监督局 1996-11-04 批准

1997-04-01 实施

4.11 硅标准溶液:移取 20.0 ml 硅标准贮存溶液(4.10),置于 100 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。立即移入干燥的聚乙烯塑料瓶中。此溶液 1 ml 含 20  $\mu\text{g}$  硅。

## 5 仪器

分光光度计。

## 6 分析步骤

### 6.1 试料

称取 0.5 g 试样,精确至 0.000 1 g。

### 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 250 ml 聚乙烯杯(带盖)中,加 40 ml 水。

6.3.2 缓慢滴入 4.0 ml 氢氟酸(4.2),待试料完全溶解,加入 100 ml 水、5 g 硼酸(4.1),摇动使之溶解。

6.3.3 在摇动下滴加高锰酸钾溶液(4.6)至溶液无色,再滴加高锰酸钾溶液(4.7)至微红并过量 1 滴,盖严杯盖,置于沸水浴中加热 1.5 h。

6.3.4 取下聚乙烯杯,冷却至 20~30℃,用氢氧化铵(4.3)和硫酸(4.9)调节溶液酸度至 pH1.3~1.5,加入 7 ml 钼酸铵溶液(4.4),混匀。放置 20 min。

6.3.5 加入 7 ml 酒石酸(4.5),混匀,立即加入 5 ml 还原剂溶液(4.8),混匀,将溶液连同沉淀移入 200 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。放置 30 min。

6.3.6 用 9 cm 定量滤纸干过滤,先将溶液注满滤纸,待先注满的溶液滤完后,弃去,再过滤其余溶液。

6.3.7 将部分滤液(6.3.6)移入 3 cm 吸收皿中,以水为参比,于分光光度计波长 700 nm 处测其吸光度,减去随同试料的空白溶液的吸光度,从工作曲线上查出相应的硅量。

### 6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 分别称取 0.500 g 金属钛(硅含量小于 0.003%),置于一组 250 ml 聚乙烯杯(带盖)中,分别加入 0,2.00,4.00,6.00,8.00,10.00 ml 硅标准溶液(4.11),加水至 40 ml,以下按 6.3.2~6.3.6 条进行。

6.4.2 将部分滤液(6.4.1)移入 3 cm 吸收皿中,以水为参比,于分光光度计波长 700 nm 处测量其吸光度,以硅量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算与表述

按下式计算硅的百分含量:

$$\text{Si}(\%) = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m_0} \times 100$$

式中:  $m_1$ ——自工作曲线查得的硅量,  $\mu\text{g}$ ;

$m_0$ ——试料的质量, g。

## 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

表 1

%

| 硅含量          | 允许差   |
|--------------|-------|
| 0.010~0.020  | 0.007 |
| >0.020~0.040 | 0.010 |
| >0.040~0.060 | 0.012 |

**附加说明：**

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由抚顺铝厂负责起草。

本标准由抚顺铝厂起草。

本标准主要起草人计春雷、吴志懋、章林庆。

# 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 高碘酸盐分光光度法测定锰量

GB/T 4698.4—1996

代替 GB 4698.4—84

Sponge titanium, titanium and titanium  
alloys—Determination of manganese content  
—Potassium periodate spectrophotometric method

### 1 主题内容与范围

本标准规定了钛及钛合金中锰含量的测定方法。

本标准适用于钛及钛合金中锰含量的测定。测定范围：0.30%~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，在硫酸介质中，以高碘酸钾将锰(Ⅱ)氧化至锰(Ⅶ)，于分光光度计波长 530 nm 处测量其吸光度。

显色溶液中含 1.0 mg 以上的铬时有干扰。滴加亚硝酸钠溶液使高锰酸褪色，用褪色后的溶液进行校正可消除铬的干扰。其他元素均不影响测定。

### 4 试剂

4.1 高碘酸钾。

4.2 硝酸( $\rho$ 1.42 g/ml)。

4.3 硫酸(1+1)。

4.4 亚硝酸钠溶液(20 g/L)，用时现配。

4.5 锰标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 预先用硫酸(1+3)洗除表面氧化物后再用水冲洗并干燥过的金属锰(>99.95%)于 100 ml 烧杯中，加入 20 ml 硫酸(4.3)，加热溶解，冷却，移入 1 000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 1.0 mg 锰。

4.6 锰标准溶液：移取 50.00 ml 锰标准贮存溶液(4.5)于 500 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 100  $\mu$ g 锰。

### 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

| 锰量, %      | 试料, g   | 试液总体积, ml | 分取试液体积, ml |
|------------|---------|-----------|------------|
| 0.30~0.50  | 0.500 0 | 100       | 10.00      |
| >0.50~1.00 | 0.500 0 | 250       | 10.00      |
| >1.00~3.00 | 0.500 0 | 250       | 5.00       |

### 6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

### 6.3 测定

6.3.1 将试料(6.1)置于 150 ml 烧杯中,加入 40 ml 硫酸(4.3),盖上表皿,加热至试料溶解完全,滴加硝酸(4.2)至溶液紫色消失,如试料中含钒,则继续滴加硝酸(4.2)至溶液呈现黄色。冷却,按表 1 移入相应的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.2 按表 1 移取部分溶液于 100 ml 烧杯中,补加硫酸(4.3)使溶液中硫酸(4.3)的总量为 10 ml,用水稀释至约 40 ml。

6.3.3 加入 0.5 g 高碘酸钾(4.1),盖上表皿,低温加热至沸,继续煮沸 5 min,冷却,移入 100 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.3.4 移取部分溶液于 3 cm 吸收皿中,以随同试料的空白试验溶液为参比,于分光光度计波长 530 nm 处测量其吸光度,从工作曲线上查得相应的锰量。

当显色溶液中含 1.0 mg 以上铬时,先按 6.3.3~6.3.4 条进行,测得吸光度  $A_1$ 。然后再分别向测量过吸光度的剩余试样溶液和空白溶液中滴加 3 滴亚硝酸钠溶液(4.4),混匀,使高锰酸褪色,以滴加亚硝酸钠后的空白溶液为参比,测量滴加亚硝酸钠后的试样溶液的吸光度为  $A_2$ ,以吸光度( $A_1 - A_2$ )从工作曲线上查出相应的锰量。

### 6.4 工作曲线的绘制

6.4.1 移取 0, 0.50, 1.00, 1.50, 2.00, 2.50, 3.00 ml 锰标准溶液(4.6),置于一组 100 ml 烧杯中,加入 10 ml 硫酸(4.3),用水稀释至约 40 ml,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 530 nm 处测量其吸光度,以锰量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

## 7 分析结果的计算与表述

按下式计算锰的百分含量:

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

式中:  $m_1$ ——自工作曲线上查得的锰量,  $\mu\text{g}$ ;

$V_0$ ——试液总体积, ml;

$V_1$ ——分取试液体积, ml;

$m_0$ ——试料的质量, g。

## 8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 2 所列允许差。

表 2

%

| 锰含量        | 允许差  |
|------------|------|
| 0.30~1.00  | 0.05 |
| >1.00~2.00 | 0.10 |
| >2.00~3.00 | 0.15 |

**附加说明：**

本标准由中国有色金属工业总公司提出。

本标准由西北有色金属研究院负责起草。

本标准由西北有色金属研究院起草。

本标准主要起草人李波、何玉琴。

# 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 硫氰酸盐分光光度法测定钼量

GB/T 4698.5—1996

代替 GB 4698.5—84

Sponge titanium, titanium and titanium  
alloys—Determination of molybdenum content  
—Thiocyanate spectrophotometric method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了钛合金中钼含量的测定方法。

本标准适用于钛合金中钼含量的测定。测定范围：0.10%~12.00%。

### 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，在硫酸介质中以铜(Ⅱ)为催化剂，用硫脲将钼(VI)还原为钼(V)，钼(V)与硫氰酸盐生成橙红色络合物，于分光光度计波长 465 nm 处测量其吸光度。

### 4 试剂

4.1 硝酸( $\rho$ 1.42 g/ml)。

4.2 硫酸(1+1)。

4.3 硫氰酸钾溶液(500 g/L)。

4.4 硫酸铜溶液(10 g/L)。

4.5 硫脲溶液(100 g/L)。

4.6 钛基体溶液：称取 0.5 g 金属钛(>99.9%)于 150 ml 烧杯中，以下按 6.3.2 条进行。此溶液 1 ml 含 2 mg 钛。

4.7 钼标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 金属钼(>99.9%)于 400 ml 烧杯中，加入 50 ml 硫酸(4.2)、30 ml 硝酸(4.1)，加热使其完全溶解并继续加热至冒硫酸烟，冷却，加入 50 ml 水，加热使盐类溶解，冷却，移入 500 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 1 mg 钼。

4.8 钼标准溶液：移取 10.00 ml 钼标准贮存溶液(4.7)于 100 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 100  $\mu$ g 钼。

### 5 仪器

分光光度计。

国家技术监督局 1996-11-04 批准

1997-04-01 实施