



中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.10—2020
代替 GB/T 4698.10—1996

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 10 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和电感耦合等离子体 原子发射光谱法（含钒）

Methods for chemical analysis of titanium sponge, titanium and titanium alloys—
Part 10: Determination of chromium content—
Ammonium ferrous sulfate titration and inductively coupled plasma atomic
emission spectrometry (with vanadium)

2020-03-06 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 4698《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法》分为以下部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法、火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：锰量的测定 高碘酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 5 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 6 部分：硼量的测定 姜黄素分光光度法；
- 第 7 部分：氧量、氮量的测定 惰气熔融-红外吸收/热导法和蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法；
- 第 8 部分：铝量的测定 碱分离-EDTA 络合滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 9 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法及电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 10 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法(含钒)；
- 第 11 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法(不含钒)；
- 第 12 部分：钒量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 13 部分：锆量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 14 部分：碳量的测定 高频燃烧-红外吸收法；
- 第 15 部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 第 17 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：锡量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钨量的测定 硫氰酸盐示差分光光度法；
- 第 21 部分：锰、铬、镍、铝、钼、锡、钒、钇、铜、锆量的测定 原子发射光谱法；
- 第 22 部分：铈量的测定 5-Br-PADAP 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 23 部分：钡量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 24 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 25 部分：氯量的测定 氯化银分光光度法；
- 第 26 部分：合金元素和杂质元素量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 27 部分：钹量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 28 部分：钕量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 29 部分：钨和钼量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 4698 的第 10 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 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)》。本部分与 GB/T 4698.10—1996 相比,除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了测定范围,将测定范围由“0.30%~12.00%”修改为“方法一的测定范围为 0.30%~15.00%和方法二的测定范围为 0.010%~15.00%”(见第 1 章,1996 年版的第 1 章)；
- 增加了仲裁分析方法(见第 2 章)；
- 增加了精密度条款(见 2.6 和 3.7)；

GB/T 4698.10—2020

——增加了电感耦合等离子体原子发射光谱法(见第3章);

——增加了试验报告(见第4章)。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:西安汉唐分析检测有限公司、广东省工业分析检测中心、西部金属材料股份有限公司、宝钛集团有限公司、中铝沈阳有色金属加工有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、有研亿金新材料有限公司。

本部分主要起草人:王金磊、刘雷雷、孙宝莲、朱丽、罗琳、王芳、王津、熊晓燕、李娟、孔令臣、孙爱平、郝思文、陈玉霞、左鸿毅、张力久、孙海峰、李满芝、刘朝方、王伟华。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4698.10—1984、GB/T 4698.10—1996。

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

第 10 部分：铬量的测定

硫酸亚铁铵滴定法和电感耦合等离子体 原子发射光谱法(含钒)

1 范围

GB/T 4698 的本部分规定了海绵钛、钛及钛合金中铬量(含钒)的测定方法。

本部分适用于海绵钛、钛及钛合金(钛合金中主要成分包含钒元素)中铬量的测定。方法一测定范围:0.30%~15.00%;方法二测定范围:0.010%~15.00%。测定范围重叠时,本部分的方法一为仲裁方法。

2 方法一 硫酸亚铁铵滴定法

2.1 原理

试料用硫酸溶解,在硫酸介质中于室温条件下,用高锰酸钾将钒氧化至高价,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定钒。

在加热的条件下,以硝酸银为催化剂,用过硫酸铵将钒和铬同时氧化成高价,再用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定钒和铬。

两次滴定所消耗滴定剂的体积之差即为滴定铬所需滴定剂的体积,由此求得铬量。

2.2 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

2.2.1 硝酸($\rho=1.42$ g/L)。

2.2.2 硫酸(1+1)。

2.2.3 高锰酸钾溶液(5 g/L)。

2.2.4 尿素溶液(100 g/L)。

2.2.5 亚硝酸钠溶液(10 g/L)。

2.2.6 硝酸银溶液(10 g/L)。

2.2.7 过硫酸铵溶液(250 g/L),用时现配。

2.2.8 氯化钠溶液(100 g/L)。

2.2.9 铬标准溶液:称取 2.829 0 g 经 105 °C 烘干 1 h 并冷却至室温的重铬酸钾(基准试剂)于 500 mL 烧杯中,加入约 100 mL 水使其溶解,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 铬。

2.2.10 硫酸亚铁铵标准滴定溶液[$c(\text{Fe}^{2+})\approx 0.025$ mol/L]的配制:称取 10.0 g 硫酸亚铁铵[$\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]置于 500 mL 烧杯中,加入 200 mL 硫酸(2.2.2),使其溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

2.2.11 硫酸亚铁铵标准滴定溶液的标定:移取三份 10.00 mL 铬标准溶液(2.2.9)分别置于 3 个 500 mL 锥形瓶中,各加入 25 mL 硫酸(2.2.2),2 滴硫酸锰溶液(50 g/L),其余操作按 2.4.4.5~2.4.4.7 进行。平行