



中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.3—2017
代替 GB/T 4698.3—1996

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法

Methods for chemical analysis of titanium sponge, titanium and titanium alloys—
Part 3: Determination of silicon content—
Molybdenum blue spectrophotometry

2017-09-29 发布

2018-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

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
第 3 部分：硅量的测定
钼蓝分光光度法
GB/T 4698.3—2017

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100029)
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址：www.spc.org.cn

服务热线：400-168-0010

2017 年 10 月第一版

*

书号：155066·1-55324

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 4698《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法》分为 28 个部分：

- 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 姜黄素分光光度法和电感耦合等离子体质谱法；
- 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；
- 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 EDTA 滴定法和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：多元素杂质量的测定 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：钨量和钽量的测定 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：钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 4698 的第 3 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 4698.3—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》。

本部分与 GB/T 4698.3—1996 相比，主要变化如下：

- 增加了前言及精密度条款；
- 增加了试验报告条款。

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：西部金属材料股份有限公司、西北有色金属研究院、宝钛集团有限公司、广州有色

GB/T 4698.3—2017

金属研究院。

本部分起草人：李佗、杨军红、刘厚勇、魏东、孙宝莲、罗琳、王金磊、刘婷、黄永红、麦丽碧、熊晓燕。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4698.3—1984；GB/T 4698.3—1996。

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

第3部分：硅量的测定

钼蓝分光光度法

1 范围

GB/T 4698的本部分规定了海绵钛、钛及钛合金中硅量的测定。

本部分适用于海绵钛、钛及钛合金中硅量的测定。测定范围：0.010%~0.70%。

2 方法提要

试料以氢氟酸溶解，以硼酸络合氟离子，在硫酸介质中，使硅与钼酸铵生成硅钼黄杂多酸。用抗坏血酸将硅钼黄还原成硅钼蓝，于分光光度计波长 810 nm 处测量其吸光度。

显色液中钒的含量大于 2 mg 时对测定有正干扰，可在显色时于空白试验溶液中加入相应量的钒，扣除其吸光度以消除干扰。

3 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和二级水。

3.1 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.2 氢氟酸(1+5)。

3.3 硼酸饱和溶液。贮存于塑料瓶中。

3.4 氨水(1+3)。

3.5 硫酸(1+11)。

3.6 高锰酸钾溶液(30 g/L)，分析纯。

3.7 钼酸铵溶液(100 g/L)，储存于塑料瓶中，分析纯。

3.8 硫酸(1+3)。

3.9 抗坏血酸(100 g/L)，用时现配，分析纯。

3.10 钛基体溶液：称取 0.50 g 金属钛($w_{\text{Si}} < 0.003\%$ ， $w_{\text{Ti}} \geq 99.99\%$)于塑料烧杯中，加入 20 mL 水，分次加入 10 mL 氢氟酸(3.2)，在 60 °C 左右水浴中加热溶解，滴加 6 滴~8 滴硝酸(3.1)至溶液清亮，加入 50 mL 硼酸饱和溶液(3.3)，混匀。移入 100 mL 塑料容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.50 mg 钛。

3.11 硅标准贮存溶液：称取 1.067 9 g 预先在 1 000 °C 灼烧 30 min 并置于干燥器中冷却至室温的二氧化硅($w_{\text{SiO}_2} > 99.99\%$)于铂坩埚中，加入 5 g 碳酸钠、5 g 碳酸钾，混匀。在 1 000 °C 高温炉中熔融 20 min，取出，冷却。于聚四氟乙烯烧杯中用热水浸出熔块，加热溶解澄清，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 硅。贮存于塑料瓶中。

3.12 硅标准溶液：移取 10.00 mL 硅标准贮存溶液(3.11)置于 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度混匀。此溶液 1 mL 含 50 μg 硅。贮存于塑料瓶中。

3.13 钒标准溶液：称取 1.785 g 五氧化二钒(光谱纯)于 150 mL 烧杯中，加入 50 mL 氢氧化钠溶液