



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.4—2017

代替 GB/T 4698.4—1996, GB/T 4698.20—1996

## 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of titanium sponge, titanium and titanium alloys—  
Part 4: Determination of manganese content—  
Potassium periodate spectrophotometry and  
inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2017-09-29 发布

2018-04-01 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

## 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；
- 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 次甲基蓝分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 7 部分：氧量、氮量的测定；
- 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(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：钴量的测定 EDTA 络合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；
- 第 15 部分：氢量的测定；
- 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 硫氰酸盐示差光度法；
- 第 21 部分：锰、铬、镍、铝、钼、锡、钒、钇、铜、铅量的测定 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：钽量和钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 27 部分：铈量的测定 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。

本部分为 GB/T 4698 的第 4 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 4698.4—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量锰量》和 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量锰量》。

本部分与 GB/T 4698.4—1996, GB/T 4698.20—1996 相比主要变化如下：

- 删除了“引用标准”(见 1996 年版的第 2 章)；
- 保留分光光度法,增加了试样条款(见 2.4)和精密度条款(见 2.7,1996 年版的第 8 章)；
- 增加电感耦合等离子体原子发射光谱法,测定范围为 0.005%~3.00%(见第 3 章)；
- 增加了试验报告条款(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：西北有色金属研究院、西部金属材料股份有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、广东省工业分析检测中心、宝钛集团有限公司、中铝沈阳有色金属加工有限公司、北京矿冶研究总院、遵义钛业股份有限公司、朝阳金达钛业股份有限公司、湖南金天钛业科技有限公司。

本部分主要起草人：禄妮、刘雷雷、李波、孙宝莲、周金芝、李佗、翟通德、杨军红、李甜、张殿凯、麦丽碧、熊晓燕、陈晓东、唐维学、许洁瑜、杨维维、刘婷、罗策、雷小燕、孙爱平、李雅民、李娜、田晓龙、郝思文、蒯丽君、张瑾洁、秦军荣、李虹昭、瞿昕薇、刘伟、何雄杰、许睿佳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4698.4—1996；

——GB/T 4698.20—1996。

# 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

## 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

#### 1 范围

GB/T 4698 的本部分规定了海绵钛、钛及钛合金中锰量的测定方法。

本部分适用于海绵钛、钛及钛合金中锰量的测定。测定范围：0.005%~3.00%。方法一为仲裁分析方法。

#### 2 方法一 高碘酸盐分光光度法

##### 2.1 方法提要

试料用氢氟酸和硫酸溶解。以硝酸将低价态钛氧化成钛(IV)，以硼酸络合氟离子，以高碘酸钾将锰(II)氧化至锰(VII)，于分光光度计波长 525 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。

##### 2.2 试剂

除另有说明，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 硼酸。

###### 2.2.2 高碘酸钾。

###### 2.2.3 硝酸( $\rho=1.42$ g/mL)。

###### 2.2.4 氢氟酸(1+1)。

###### 2.2.5 硫酸(1+1)。

###### 2.2.6 亚硝酸钠溶液(20 g/L)，用时现配。

###### 2.2.7 金属钛( $w_{Ti}\geq 99.95\%$ ， $w_{Mn}<0.001\%$ )。

2.2.8 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( $w_{Mn}\geq 99.95\%$ )于 100 mL 烧杯中，加入 20 mL 硫酸(2.2.5)，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。

2.2.9 锰标准溶液：移取 50.00 mL 锰标准贮存溶液(2.2.8)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。

##### 2.3 仪器

分光光度计。

##### 2.4 试样

按照已颁布的海绵钛、钛及钛合金取制样标准进行。