

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(ρ 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 μ 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, μg ;

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。