

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 高碘酸钾分光光度法测定锰量

GB/T 4698.20—1996

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

1 主题内容与适用范围

本标准规定了海绵钛中锰量的测定方法。

本标准适用于海绵钛中锰量的测定。测定范围：0.005%~0.10%。

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

试料用氢氟酸和硫酸溶解，以硝酸将低价钛氧化成钛(IV)，以硼酸络合氟离子，以高碘酸钾将锰(II)氧化到锰(VI)，于分光光度计波长 525 nm 处测量其吸光度。

4 试剂

4.1 金属钛(Mn<0.001%)。

4.2 硼酸。

4.3 高碘酸钾。

4.4 硫酸(1+1)。

4.5 硫酸(2+98)。

4.6 氢氟酸(1+1)。

4.7 硝酸(1+1)。

4.8 锰标准贮存溶液：称取 1.000 g 预先用硫酸(1+3)洗除表面氧化物，用水冲洗，并干燥过的金属锰(>99.95%)于烧杯中，加入 20 ml 硫酸(4.4)和 80 ml 水，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。

4.9 锰标准溶液：移取 50.0 ml 锰标准贮存溶液(4.8)于 500 ml 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 100 μg 锰。

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

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

锰含量, %	试料量, g
0.005~0.050	1.000 0
>0.050~0.10	0.500 0

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 塑料杯中。

6.3.2 加入 15 ml 水、25 ml 硫酸(4.4)、5 ml 氢氟酸(4.6),待激烈反应停止后,置于沸水浴中加热至溶解完全。滴加 2 ml 硝酸(4.7)使溶液紫色消失,加入 2 g 硼酸(4.2),于沸水浴中继续加热至溶液澄清。将溶液移入 150 ml 烧杯中。

6.3.3 加热煮沸,驱除氮的氧化物,保持体积 60 ml,加入 1 g 高碘酸钾(4.3),加热煮沸至红色出现后,继续煮沸 15 min 并保持体积,冷却,以硫酸(4.5)将溶液移入 100 ml 容量瓶中,并稀释至刻度,混匀。

6.3.4 将部分溶液(6.3.3)移入 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 525 nm 处测量其吸光度,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 称取与试料质量相同的金属钛(4.1)六份,分别置于一组 250 ml 塑料杯中,以下按 6.3.2 条进行。

6.4.2 用移液管分别加入 0, 0.50, 1.00, 2.00, 4.00, 6.00 ml 锰标准溶液(4.9),以下按 6.3.3 条进行。

6.4.3 将部分溶液(6.4.2)移入 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 525 nm 处,测量标准溶液的吸光度。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:

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

式中: m_1 ——自工作曲线上查得的锰量, μg ;

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
0.005~0.010	0.002
>0.010~0.025	0.003
>0.025~0.050	0.004
>0.050~0.075	0.006
>0.075~0.10	0.008

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。

本标准主要起草人孟淑君。