



中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.5—2017
代替 GB/T 4698.5—1996

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 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

Methods for chemical analysis of titanium sponge, titanium and titanium alloys—Part 5: Determination of molybdenum content—Thiocyanate 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：铀量的测定 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 5 部分。

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4698.5—1996《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 硫氰酸盐分光光度法测定钼量》。

本部分与 GB/T 4698.5—1996 相比主要变化如下：

- 删除了“引用标准”(1996 年版的第 2 章)；
- 保留分光光度法，测定范围由“0.10%~12.00%”扩大至“0.10%~16.00%”，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 0.10%~16.00%(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、宝钛集团有限公司、西部金属材料股份有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、中铝沈阳有色金属加工有限公司、广东省工业分析检测中心、遵义钛业股份有限公司、金堆城铝业股份有限公司、遵宝钛业有限公司。

本部分主要起草人:杨平平、刘雷雷、李波、孙宝莲、王晓艳、刘婷、孔令臣、罗策、李剑、李海燕、刘厚勇、陈映纯、罗韶伟、李满芝、刘丽媛、孙爱平、李雅民、陈玉凤、杨光、张天姣、张小琴、熊晓燕、秦军荣、张永进、瞿昕薇、张瑾洁、李华、谢明明、刘延波、杨再江、杨学新。

本部分所代替标准的历次版本发布情况:

——GB/T 4698.5—1996。

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

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

1 范围

GB/T 4698 的本部分规定了海绵钛、钛及钛合金中钼量的测定方法。

本部分适用于海绵钛、钛及钛合金中钼量的测定。测定范围：0.10%~16.00%。方法一为仲裁分析方法。

2 方法一 硫氰酸盐分光光度法

2.1 方法提要

试料用硫酸溶解。在硫酸介质中，以铜(II)为催化剂，用硫脲将钼(VI)还原成钼(V)，钼(V)与硫氰酸盐生成橙红色络合物，于分光光度计波长 465 nm 处测量其吸光度。

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 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

2.2.2 硫酸(1+1)。

2.2.3 硫氰酸钾溶液(500 g/L)。

2.2.4 硫酸铜溶液(20 g/L)。

2.2.5 硫脲溶液(100 g/L)。

2.2.6 钛基体溶液：称取 0.500 g 金属钛($w_{Ti} \geq 99.95\%$, $w_{Mo} < 0.001\%$)于 150 mL 烧杯中，以下按 2.5.4.1 进行。此溶液 1 mL 含 2mg 钛。

2.2.7 钼标准贮存溶液：称取 0.500 0 g 金属钼($w_{Mo} \geq 99.95\%$)于 400 mL 烧杯中，加入 50 mL 硫酸(2.2.2)、30 mL 硝酸(2.2.1)，盖上表面皿，加热使其完全溶解并继续加热至冒硫酸烟，冷却，加入 50 mL 水，加热使盐类溶解，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 1.0mg 钼。

2.2.8 钼标准溶液：移取 10.00 mL 钼标准贮存溶液(2.2.7)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μ g 钼。

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。