



中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.9—2017
代替 GB/T 4698.9—1996

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 9 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定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 9: Determination of tin content—
Potassium iodate titration 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 9 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 4698.9—1996《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 碘酸钾滴定法测定锡量》。

本部分与 GB/T 4698.9—1996 相比主要变化如下：

- 删除了“引用标准”(1996 年版的第 2 章)；
- 增加了电感耦合等离子体原子发射光谱法(见第 3 章)；
- 增加了试样条款(见 2.3 和 3.4)；
- 将允许差改为精密度条款(见 2.6 和 3.7, 1996 年版的第 7 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。

GB/T 4698.9—2017

本部分起草单位：西部金属材料股份有限公司、宝钛集团有限公司、西北有色金属研究院、国标(北京)检验认证有限公司、广东省工业分析检测中心、中铝沈阳有色金属加工有限公司、湖南金天钛业科技有限公司、遵义钛业股份有限公司。

本部分主要起草人：刘厚勇、杨军红、石新层、贾梦琳、刘雷雷、张丹莉、刘婷、罗策、陈映纯、张殿凯、徐思婷、熊晓燕、孙爱平、徐佳麒、张瑾洁、秦军荣、樊凯。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4698.9—1984、GB/T 4698.9—1996。

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

第9部分：锡量的测定

碘酸钾滴定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、钛及钛合金中锡量的测定方法。

本部分适用于海绵钛、钛及钛合金中锡量的测定，方法一测定范围：1.00%~12.00%；方法二测定范围：0.05%~12.00%。方法二为仲裁分析方法。

2 方法一 碘酸钾滴定法

2.1 方法提要

试料用硫酸-氟硼酸溶解，在盐酸介质中，用铁粉或铝箔将锡(IV)还原为锡(II)，以淀粉为指示剂，用碘酸钾标准滴定溶液滴定至溶液呈现蓝色为终点。

滴定溶液中含 5.0 mg 以上铜、15.0 mg 以上钒时有干扰，其他元素不影响测定。

2.2 试剂

除非另有说明，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 还原剂：铁粉或铝箔($w_{\text{Sn}} < 0.001\%$)。

2.2.2 盐酸($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)。

2.2.3 过氧化氢($\rho = 1.10 \text{ g/mL}$)。

2.2.4 氟硼酸($w_{\text{HBF}_4} \geq 40\%$)。

2.2.5 碳酸氢钠饱和溶液。

2.2.6 盐酸(1+1)。

2.2.7 硫酸(1+1)。

2.2.8 碘化钾溶液(200 g/L)。

2.2.9 锡标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 金属锡($w_{\text{Sn}} \geq 99.95\%$)置于 250 mL 烧杯中，加入 100 mL 盐酸(2.2.6)，低温加热溶解，冷却，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 锡。

2.2.10 碘酸钾标准滴定溶液 [$c(1/6\text{KIO}_3) = 0.02 \text{ mol/L}$]。

2.2.10.1 配制：称取 1 g 氢氧化钠、10 g 碘化钾溶于 200 mL 水中，称取 0.713 4 g 碘酸钾溶解于该溶液中，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

2.2.10.2 标定：移取 20.00 mL 锡标准贮存溶液(2.2.9)3 份，分别置于 3 个 500 mL 锥形瓶中，加入 20 mL 硫酸(2.2.7)、5 mL 氟硼酸(2.2.4)，以下按 2.4.4.2~2.4.4.4 进行。平行标定所消耗的碘酸钾标准滴定溶液(2.2.10)体积的极差值不应超过 0.10 mL，取其平均值。

随同标定做空白试验。

按式(1)计算碘酸钾标准滴定溶液(2.2.10)对锡的滴定系数：