



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.3—1996

---

## 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 钼蓝分光光度法测定硅量

Sponge titanium, titanium and titanium alloys—  
Determination of silicon content—  
Molybdenum blue spectrophotometric method

1996-11-04 发布

1997-04-01 实施

---

国家技术监督局 发布

# 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 钼蓝分光光度法测定硅量

GB/T 4698.3—1996

代替 GB 3829.2—83

Sponge titanium, titanium and titanium  
alloys—Determination of silicon content  
—Molybdenum blue spectrophotometric method

### 1 主题内容与适用范围

本标准规定了海绵钛中硅量的测定。

本标准适用于海绵钛中硅量的测定。测定范围：0.010%~0.060%。

### 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

试料用氢氟酸溶解，以硼酸络合氟离子，用高锰酸钾氧化后，使钛水解成沉淀析出。在 pH1.3~1.5 时加入钼酸铵，使硅形成硅钼杂多酸，经还原成钼蓝后，过滤分离，于分光光度计波长 700 nm 处测量其吸光度。

### 4 试剂

4.1 硼酸，优级纯。

4.2 氢氟酸(1+1)，优级纯。

4.3 氢氧化铵(1+1)。

4.4 钼酸铵溶液(100 g/L)，保存于聚乙烯塑料瓶中。

4.5 酒石酸溶液(500 g/L)。

4.6 高锰酸钾溶液(50 g/L)，保存于石英器皿中。

4.7 高锰酸钾溶液(10 g/L)，保存于石英器皿中。

4.8 还原剂溶液：称取 0.5 g 1-氨基-2-萘酚-4-磺酸及 10 g 无水亚硫酸钠于 250 ml 烧杯中，加 100 ml 水溶解，加入 1 ml 冰乙酸，用水稀释至 200 ml。有效期约一周。

4.9 硫酸(0.5 mol/L)。

4.10 硅标准贮存溶液：移取 0.2139 g 预先在 1000℃ 灼烧 1 h 并置于干燥器中冷却至室温的二氧化硅(99.9%)和 5 g 无水碳酸钠，置于铂坩埚中混匀，放入 950℃ 高温炉中熔融 15 min，冷却。移入烧杯中，加入 300 ml 热水，加热搅拌，浸出熔块，用水洗净坩埚，冷却，移入 1000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。立即移入干燥的聚乙烯塑料瓶中。此溶液 1 ml 含 0.1 mg 硅。

国家技术监督局 1996-11-04 批准

1997-04-01 实施