



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4701.4—2008  
代替 GB/T 4701.4~4701.5—1984

---

## 钛铁 锰含量的测定 亚砷酸盐-亚硝酸盐滴定法和 高碘酸盐光度法

Ferrotitanium—Determination of manganese content—  
Arsenite-salt and sodium-salt titrimetric method and  
periodate photometric method

2008-05-13 发布

2008-11-01 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

本部分是对 GB/T 4701.4—1984《钛铁化学分析方法 过硫酸盐-亚砷酸盐容量法测定锰量》和 GB/T 4701.5—1984《钛铁化学分析方法 高碘酸盐光度法测定锰量》国家标准的整合修订。

本部分代替 GB/T 4701.4—1984 和 GB/T 4701.5—1984。

本部分与 GB/T 4701.4—1984、GB/T 4701.5—1984 相比较,主要做了以下修改:

——试液分取量由 20.00 mL 修改为 10.00 mL 和 20.00 mL;

——校准曲线绘制移取锰标准溶液量由 0,1.00,2.50,5.00,7.50,10.00,12.50,15.00 mL 修改为 0,1.00 mL,2.00 mL,4.00 mL,6.00 mL,8.00 mL。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位:中钢集团吉林铁合金股份有限公司。

本部分主要起草人:高玉敏、刘冰、吴丽玉、丛亚文。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4701.4—1984;

——GB/T 4701.5—1984。

# 钛铁 锰含量的测定

## 亚砷酸盐-亚硝酸盐滴定法和 高碘酸盐光度法

**警告：**使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

### 1 范围

本部分规定了亚砷酸盐-亚硝酸盐滴定法和高碘酸盐光度法测定钛铁中锰的含量。

本部分适用于钛铁中锰含量的测定。其中亚砷酸盐-亚硝酸盐滴定法测定范围(质量分数)：1.00%~4.00%；高碘酸盐光度法测定范围(质量分数)：0.10%~1.50%。

### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过在本部分中的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分，然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

### 3 方法一 亚砷酸盐-亚硝酸盐滴定法

#### 3.1 原理

试料用硫酸、盐酸分解，加热至冒硫酸烟，以硝酸银为催化剂，加过硫酸铵煮沸将锰氧化为高锰酸，用亚砷酸钠-亚硝酸钠标准滴定溶液滴定。根据亚砷酸钠-亚硝酸钠标准滴定溶液的消耗量，计算锰含量。

#### 3.2 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.2.1 硝酸， $\rho$ 1.42 g/mL。

3.2.2 盐酸，1+1。

3.2.3 硫酸，1+3。

3.2.4 氯化钠溶液，5 g/L。

3.2.5 硝酸银溶液，5 g/L。

3.2.6 过硫酸铵溶液，250 g/L，用时配制，溶解时不能加热。

3.2.7 混合酸：向 650 mL 水中，缓慢加入 100 mL 硫酸( $\rho$  1.84 g/mL)，冷却后加入 250 mL 硝酸(3.2.1)，混匀。

#### 3.2.8 锰标准溶液

3.2.8.1 称取 1.000 0 g 金属锰(纯度 99.9%以上)，置于 250 mL 烧杯中，加入 20 mL 硫酸(3.2.3)，加热溶解，取下冷却至室温，移入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.00 mg 锰。

3.2.8.2 移取 10.00 mL 锰标准溶液(3.2.8.1)，置于 100 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.10 mg 锰。

3.2.9 亚砷酸钠-亚硝酸钠标准滴定溶液，0.02 mol/L。

3.2.9.1 配制：称取 0.500 0 g 优级纯三氧化二砷，溶解于 20 mL 氢氧化钠溶液(100 g/L)中，用水稀