



中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.2—2011
代替 GB/T 4698.2—1996

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 铁量的测定

Methods for chemical analysis of titanium sponge, titanium and titanium alloys—
Determination of iron content

2011-05-12 发布

2012-02-01 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

本部分代替 GB/T 4698.2—1996《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 1,10-二氮杂非分光光度法测定铁量》。

本部分与 GB/T 4698.2—1996 相比主要变化如下：

——增加了原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分修改采用 ISO 22960:2008《钛及钛合金-铁量的测定-1,10-二氮杂非分光光度法》(方法一)、ISO 22961:2008《钛及钛合金-铁量的测定-原子吸收光谱法》(方法二)和 ISO 22962:2008《钛及钛合金-铁量的测定-电感耦合等离子体原子发射光谱法》(方法三)。

本部分与 ISO 22960:2008、ISO 22961:2008、22962:2008 的章条号对照情况见附录 A。

本部分与 ISO 22960:2008、ISO 22961:2008、22962:2008 相比存在技术性差异,这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线(|)进行了标示,附录 B 给出了相应技术性差异及其原因一览表。

本部分的方法一为仲裁分析方法。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分方法一起草单位:西北有色金属研究院、宝钛集团有限公司、北京有色金属研究院、西部金属材料股份有限公司、四川恒为制钛科技有限公司。

本部分方法二起草单位:西北有色金属研究院、北京有色金属研究院、西部金属材料股份有限公司、四川恒为制钛科技有限公司。

本部分方法三起草单位:宝钛集团有限公司、西北有色金属研究院、北京有色金属研究院、西部金属材料股份有限公司、四川恒为制钛科技有限公司。

本部分方法一主要起草人:李波、禄妮、张磊、朱梅生、黄永红、李震乾、佟伶、李满芝、朱广路、刘家荣。

本部分方法二主要起草人:李波、杨平平、孙宝莲、吴秦建、张卓、李艳芬、朱广路、李凤玲。

本部分方法三主要起草人:黄永红、李剑、雷小燕、王晓艳、李波、董坚、张卓。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4698.2—1984;

——GB/T 4698.2—1996。

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

铁量的测定

1 范围

本部分规定了海绵钛、钛及钛合金中铁含量的测定方法。

本部分适用于海绵钛、钛及钛合金中铁含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696,MOD)

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶(ISO 1042,EQV)

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管(ISO 648,EQV)

GB/T 12809 实验室玻璃仪器 玻璃量器的设计和结构原则(ISO 384,EQV)

GB/T 12810 实验室玻璃仪器 玻璃量器的容量校准和使用方法(ISO 4787,IDT)

3 总则

3.1 除非另有说明,在分析中仅使用确认的分析纯试剂;所用水为蒸馏水或去离子水或相当纯度的水,应符合 GB/T 6682 的规定。

3.2 所用仪器均应在检定周期内,其性能应达到检定要求的技术参数指标;玻璃容器使用 GB/T 12808、GB/T 12809、GB/T 12806 中规定的 A 级,具体使用方法参照 GB/T 12810 的要求。

4 方法一 1,10-二氮杂菲分光光度法

4.1 测定范围

铁的测定范围为 0.005%~2.00%(质量分数)。

4.2 方法原理

试料用盐酸-氢氟酸溶解,加入硝酸氧化钛。加入硼酸,酒石酸,乙酸铵和盐酸羟胺。加入 1,10-二氮杂菲生成 1,10-二氮杂菲铁络合物,分光光度计测定其铁含量。

4.3 试剂

4.3.1 盐酸(1+1):缓慢地将 500 mL 盐酸(ρ 1.16 g/mL~1.19 g/mL)加入到 500 mL 水中。

4.3.2 硝酸(1+1):缓慢地将 500 mL 硝酸(ρ 1.42 g/mL)加入到 500 mL 水中。

4.3.3 氢氟酸(1+1):小心、缓慢地将 100 mL 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)加入到 100 mL 水中。

4.3.4 硼酸。

4.3.5 酒石酸(200 g/L)。

4.3.6 乙酸铵(500 g/L)。

4.3.7 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

4.3.8 1,10-二氮杂菲溶液(2 g/L):溶解 2.0 g 1,10-二氮杂菲于 100 mL 乙醇(体积百分含量不小于 95%)中,用水稀释至 1 000 mL。

4.3.9 铁标准溶液

4.3.9.1 铁标准贮存溶液(0.500 mg/mL):准确称取 0.500 g 金属铁($w_{Fe} \geq 99.9\%$)于 300 mL 烧杯中(精确至 0.000 1 g),加入 30 mL 盐酸(4.3.1)加热溶解。加入 5 mL 硝酸(4.3.2)氧化铁,继续加热驱除氮的氧化物。冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.3.9.2 铁标准溶液(0.050 mg/mL):移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液(4.3.9.1)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。使用时配制。

4.4 仪器

4.4.1 分析天平:可精确至 0.1 mg。

4.4.2 分光光度计。

4.5 试样

4.5.1 取样

海绵钛、钛及钛合金的取样应按照已颁布的相应标准方法进行。

4.5.2 试料

按表 1 称取试料,精确至 0.000 1 g。

表 1 试料量和分取试液体积

铁含量/ %	试料量/ g	分取试液体积/ mL
0.005~0.1	1.0	20.00
>0.1~0.4	1.0	10.00
>0.4~0.8	0.50	10.00
>0.8~2.0	0.20	10.00

4.6 分析步骤

4.6.1 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

4.6.2 空白试验

随同试料做空白试验。

4.6.3 工作曲线的绘制

4.6.3.1 移取 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL 铁标准溶液(4.3.9.2),于 5 个 100 mL 容量瓶中。加入 15 mL 酒石酸溶液(4.3.5),25 mL 乙酸铵溶液(4.3.6),5 mL 盐酸羟胺溶液(4.3.7),用水稀释至约 80 mL,混匀。

4.6.3.2 加入 10 mL 1,10-二氮杂菲溶液(4.3.8),用水稀释至刻度,混匀。

4.6.3.3 室温放置 20 min 后,移取部分溶液于 1 cm 吸收皿中,以水为参比,测定标准溶液的吸光度。

以铁的质量浓度(mg/100 mL)为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。确保线性相关系数优于0.999。平行移动相关曲线,使之通过坐标原点。

4.6.4 测定

4.6.4.1 将试料(4.5.2)置于200 mL 聚四氟乙烯烧杯中。

4.6.4.2 加入10 mL 盐酸(4.3.1),5 mL 氢氟酸(4.3.3),盖上聚乙烯表面皿,水浴加热溶解,加入3 mL 硝酸(4.3.2)继续加热驱除氮的氧化物。加入3 g 硼酸(4.3.4),搅拌溶解,冷却至室温。

4.6.4.3 将试液移入100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。按表1分取部分溶液两份(A和B)于100 mL 容量瓶中。分别加入15 mL 酒石酸溶液(4.3.5),25 mL 乙酸铵溶液(4.3.6),5 mL 盐酸羟胺溶液(4.3.7),用水稀释至约70 mL,混匀。

4.6.4.4 在A溶液中加入10 mL 1,10-二氮杂菲溶液(4.3.8),如试料中含铜,镍等,则补加10 mL 1,10-二氮杂菲溶液(4.3.8),用水稀释至刻度,混匀。B溶液用水稀释至刻度,混匀,作为参比溶液。

4.6.4.5 在室温下放置20 min后,移取部分溶液A于1 cm 比色皿中,以B溶液为参比,于分光光度计波长510 nm 处测量其吸光度,从工作曲线(4.6.3)上查出相应的铁量。

4.7 分析结果的计算

铁含量以铁的质量分数 w_{Fe} 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_{Fe} = \frac{\rho_1 - \rho_2}{m \times V} \times 100 \times 10^{-3} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_1 ——分取试液中铁质量浓度,单位为毫克每100毫升(mg/100 mL);

ρ_2 ——空白溶液中铁质量浓度,单位为毫克每100毫升(mg/100 mL);

V——分取试液的体积,单位为毫升(mL);

m——试料质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后第三位。

同一试样两次测定结果的差值不超过相应的允许差范围[式(2)、式(3)、式(4)]。如果超过,应重新进行分析。

4.8 精密度

本方法的允许差按式(2)、式(3)和式(4)表示。

重复性限:

$$2.8 \times [0.005 5 \times (w_{Fe}) + 0.001 0] \% \dots\dots\dots(2)$$

实验室内再现性限:

$$2.8 \times [0.008 3 \times (w_{Fe}) + 0.001 0] \% \dots\dots\dots(3)$$

实验室间再现性限:

$$2.8 \times [0.023 3 \times (w_{Fe}) + 0.000 8] \% \dots\dots\dots(4)$$

5 方法二 原子吸收光谱法

5.1 测定范围

铁的测定范围为0.01%~2.00%(质量分数)。

5.2 原理

试料用盐酸和氢氟酸溶解,加入硝酸氧化钛、铁及其他元素。然后加入硼酸,用原子吸收光谱仪测

量试液中铁浓度。

5.3 试剂

5.3.1 盐酸(1+1):将 500 mL 盐酸(ρ 1.16 g/mL~1.19 g/mL)缓慢加入到 500 mL 水中。

5.3.2 硝酸(1+1):将 500 mL 硝酸(ρ 1.42 g/mL)缓慢加入到 500 mL 水中。

5.3.3 氢氟酸(1+1):将 100 mL 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)缓慢加入到 100 mL 水中。

5.3.4 硼酸。

5.3.5 纯钛

$w_{Ti} \geq 99.95\%$,铁含量已知且应尽可能的低。如果铁含量未知,应采用方法一准确测定。

5.3.6 铁标准溶液

5.3.6.1 铁标准贮存溶液(0.500 mg/mL)

称取 0.500 g 金属铁[$w_{Fe} \geq 99.9\%$]于 300 mL 烧杯中(精确至 0.000 1 g),加入 30 mL 盐酸(5.3.1)加热溶解。加入 5 mL 硝酸(5.3.2)氧化铁,继续加热驱除氮的氧化物。冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.3.6.2 铁标准溶液(0.050 mg/mL)

移取 10.00 mL 铁标准贮存溶液(5.3.6.1)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。使用时配制。

5.4 仪器

5.4.1 分析天平:可精确至 0.1 mg。

5.4.2 火焰原子吸收光谱仪,采用空气/乙炔火焰,波长 248.3 nm。

5.5 试样

5.5.1 试样要求

海绵钛、钛及钛合金的取样应按照已颁布的标准方法进行。

5.5.2 试料

称取 0.50 g 试料,精确至 0.000 1 g。

5.6 分析步骤

警告:应按照原子吸收光谱仪器使用规程点燃和熄灭空气-乙炔燃烧器,以避免可能的爆炸危险。

5.6.1 测定次数

独立地进行两份试料测定,取其平均值。

5.6.2 空白试验

随同试料以纯钛(5.3.5)做空白试验。

5.6.3 标准溶液的制备

5.6.3.1 总则

标准溶液的制备按照 5.6.3.2、5.6.3.3 进行。

5.6.3.2 $w_{Fe} \leq 0.1\%$

5.6.3.2.1 称取 6 份纯钛(5.3.5),每份 0.50 g,置于 200 mL 聚乙烯烧杯中。

5.6.3.2.2 加入 10 mL 盐酸(5.3.1)和 5 mL 氢氟酸(5.3.3),盖上聚乙烯表面皿,水浴加热溶解。加入 3 mL 硝酸(5.3.2),加热驱除氮的氧化物。加入 3 g 硼酸(5.3.4),搅拌溶解,冷却至室温。

5.6.3.2.3 将溶液移至 100 mL 容量瓶中,分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液(5.3.6.2),用水稀释至刻度,混匀。

5.6.3.3 $w_{Fe} > 0.1\%$

5.6.3.3.1 称取 6 份纯钛(5.3.5),每份 0.50 g,置于 200 mL 聚乙烯烧杯中。

5.6.3.3.2 加入 10 mL 盐酸(5.3.1)和 5 mL 氢氟酸(5.3.3),盖上聚乙烯表面皿,水浴加热溶解。加入 3 mL 硝酸(5.3.2),继续加热驱除氮的氧化物。加入 3 g 硼酸(5.3.4),搅拌溶解,冷却至室温。

5.6.3.3.3 将溶液转移至 100 mL 容量瓶中。

5.6.3.3.4 按表 2 移取部分溶液至 6 个 100 mL 容量瓶,并补加盐酸(5.3.1)。分别加入 0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 铁标准溶液(5.3.6.2),用水稀释至刻度,混匀。

5.6.4 试液的制备

5.6.4.1 将试料(5.5)移至 200 mL 聚乙烯烧杯。

5.6.4.2 加入 10 mL 盐酸(5.3.1)和 5 mL 氢氟酸(5.3.3),盖上聚乙烯表面皿,水浴加热溶解。加入 3 mL 硝酸(5.3.2),加热驱除氮的氧化物。加入 3 g 硼酸(5.3.4),搅拌溶解。冷却后将溶液移至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

5.6.4.3 试料中铁含量 $> 0.1\%$ 时,按表 2 分移取部分溶液于 100 mL 容量瓶中,并补加盐酸(5.3.1),用水稀释至刻度,混匀。

表 2 铁含量和分取试液体积

铁含量/ %	分取试液体积/ mL	加入盐酸(5.3.1)量/ mL
$> 0.10 \sim 0.50$	20.00	8.0
$> 0.50 \sim 2.00$	5.00	9.5

5.6.5 测定

5.6.5.1 总则

仪器应配有由厂家推荐的铁元素空心阴极灯,波长设定在 248.3 nm 处,用空气-乙炔贫燃性火焰进行测定。当设备具有计算机系统控制功能时,工作曲线的建立、校标(漂移校正、标准化、重新校准)和铁含量的测定应按照计算机软件操作说明书的要求进行。

5.6.5.2 工作曲线的绘制

在波长 248.3 nm 处,用空气/乙炔贫燃性火焰,以水调零,测定标准溶液的吸光度。以铁含量为横坐标(mg/100 mL),吸光度为纵坐标绘制工作曲线。平行移动相关曲线,使之通过坐标原点。

5.6.5.3 试液的测定

在波长 248.3 nm 处,用空气/乙炔贫燃性火焰,以水调零,测定试液的吸光度,从工作曲线查出相应的铁的质量浓度(mg/100 mL)。

5.7 分析结果计算

5.7.1 $w_{Fe} \leq 0.1\%$

铁含量以铁的质量分数 w_{Fe} 计,数值以 % 表示,按式(5)计算:

$$w_{Fe} = \frac{\rho_1 - (\rho_2 - \rho_3)}{m} \times 100 \times 10^{-3} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

ρ_1 ——试液中铁的质量浓度,单位为毫克每 100 毫升(mg/100 mL);

ρ_2 ——空白溶液中铁的质量浓度,单位为毫克每 100 毫升(mg/100 mL);

ρ_3 ——5.6.3.2 中纯钛(5.3.5)溶液中铁的质量浓度,单位为毫克每 100 毫升(mg/100 mL);

m ——试料质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后第三位。

同一试样两次平行分析结果的差值不超过相应的允许差范围[式(7)、式(8)、式(9)]。如果超过,应重新进行分析。

5.7.2 $w_{Fe} > 0.1\%$

铁含量以铁的质量分数 w_{Fe} 计,数值以%表示,按式(6)计算:

$$w_{Fe} = \frac{\rho_4 - \left[\rho_5 - \left(\rho_3 \times \frac{V}{100} \right) \right]}{m} \times 100 \times 10^{-3} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

ρ_3 ——5.6.3.3 中纯钛(5.3.5)溶液中铁的质量浓度,单位为毫克每 100 毫升(mg/100 mL);

ρ_4 ——分取试液中铁的质量浓度,单位为毫克每 100 毫升(mg/100 mL);

ρ_5 ——分取空白溶液中铁的质量浓度,单位为毫克每 100 毫升(mg/100 mL);

V ——分取试液体积,单位为毫升(mL);

m ——分取试液中试料质量,单位为克(g)。

所得结果表示至小数点后第三位。

同一试样两次测定结果的差值不超过相应的允许差范围[式(7)、式(8)、式(9)]。如果超过,应重新进行分析。

5.8 精密度

本方法的允许差按式(7)、式(8)和式(9)表示。

重现性限:

$$2.8 \times [0.010 0 \times (w_{Fe}) + 0.000 4] \% \dots\dots\dots (7)$$

实验室内再现性限:

$$2.8 \times [0.014 9 \times (w_{Fe}) + 0.000 4] \% \dots\dots\dots (8)$$

实验室之间再现性限:

$$2.8 \times [0.027 0 \times (w_{Fe}) + 0.002 3] \% \dots\dots\dots (9)$$

6 方法三 电感耦合等离子体原子发射光谱法

6.1 测定范围

铁的测定范围为 0.01%~3.0%(质量分数)。

6.2 方法原理

试料用硝酸和氢氟酸或硫酸和氢氟酸溶解,使用电感耦合等离子体(ICP)-原子发射光谱仪测定试样中铁的含量。

6.3 试剂

6.3.1 盐酸(1+1):将 500 mL 盐酸(ρ 1.16 g/mL~1.19 g/mL)缓慢地加入到 500 mL 水中。

6.3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

6.3.3 硝酸(1+1):将 500 mL 硝酸(ρ 1.42 g/mL)缓慢地加入到 500 mL 水中。

6.3.4 氢氟酸(1+1):将 100 mL 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)小心、缓慢地加入到 100 mL 水中。

6.3.5 硫酸(1+1):将 500 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL)缓慢地加入到 500 mL 水中,冷却。

6.3.6 硫酸(1+3):将 100 mL 硫酸(ρ 1.84 g/mL)缓慢地加入到 300 mL 水中,冷却。

- 6.3.7 纯钛： $w_{Ti} \geq 99.95\%$ ，铁含量已知并应尽可能的低。如铁含量未知，应采用方法1准确测定。
- 6.3.8 钴溶液(1 mg/mL)：准确称取1.00 g 纯钴($w_{Co} \geq 99.5\%$)至300 mL烧杯中，加入40 mL硝酸(6.3.3)，加热溶解，冷却后转入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
- 6.3.9 钇溶液(1 mg/mL)：准确称取1.27 g 三氧化二钇($w_{Y_2O_3} \geq 99.5\%$)至300 mL烧杯中，加入20 mL盐酸(6.3.1)，加热溶解，冷却后转入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
- 6.3.10 镧溶液(1 mg/mL)：准确称取1.17 g 三氧化二镧($w_{La_2O_3} \geq 99.5\%$)至300 mL烧杯中，加入20 mL盐酸(6.3.1)，加热溶解，冷却后转入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
- 6.3.11 铁标准溶液(1.000 mg/mL)：准确称取1.000 0 g 金属铁($w_{Fe} \geq 99.9\%$)至500 mL烧杯中，加入60 mL盐酸(6.3.1)，加热溶解，再加入10 mL硝酸(6.3.3)将铁由低价氧化成高价，加热至无棕色氮氧化烟雾产生，冷却后移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

6.4 仪器

- 6.4.1 聚乙烯烧杯和表面皿。
- 6.4.2 聚四氟乙烯(PTFE)烧杯和表面皿。
- 6.4.3 分析天平，可精确到0.1 mg。
- 6.4.4 电感耦合等离子体原子发射光谱仪：应具备同时测定Fe 238.20 nm、259.94 nm，内标元素Co 228.62 nm、Y 371.03 nm、La 398.85 nm、Ti 255.60 nm或Ti 333.21 nm等谱线的能力。采用硝酸和氢氟酸溶解样品(6.6.3.2)时推荐使用耐氢氟酸雾化器。

6.5 试样

6.5.1 取样

海绵钛、钛及钛合金的取样应按照已颁布的标准方法进行。

6.5.2 试料

称取0.500 g试料，精确至0.000 1 g。

6.6 分析步骤

6.6.1 测定次数

独立地进行两次测定，取其平均值。

6.6.2 空白试验

随同试料以纯钛(6.3.7)做空白试验。

6.6.3 标准溶液的制备

6.6.3.1 总则

标准溶液的制备按照6.6.3.2、6.6.3.3或6.6.3.4进行。

6.6.3.2 硝酸和氢氟酸溶解试样(适用于6.6.4.2)。

6.6.3.2.1 称取4份纯钛(6.3.7)，每份0.50 g，移至200 mL聚乙烯烧杯中。

6.6.3.2.2 加入50 mL硝酸(6.3.3)和10 mL氢氟酸(6.3.4)，盖上聚乙烯表面皿，水浴加热完全溶解。继续加热煮沸驱除氮的氧化物。冷却至室温。

6.6.3.2.3 取下表面皿，分别移取0.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL铁标准溶液(6.3.11)，将溶液移入100 mL容量瓶中。

6.6.3.2.4 加入5.0 mL钴内标溶液(6.3.8)，用水稀释至刻度，混匀，并立刻将溶液转移至干燥的聚乙烯或聚四氟乙烯瓶中保存。

6.6.3.3 硫酸和氢氟酸溶解试样(适用于6.6.4.3)。

6.6.3.3.1 称取4份纯钛(6.3.7)，每份0.50 g，置于200 mL聚四氟乙烯烧杯中。

6.6.3.3.2 加入 20 mL 硫酸(6.3.5)和 4 mL 氢氟酸(6.3.4),盖上聚四氟乙烯表面皿,低温加热溶解。如果溶解不完全,可加入少量氢氟酸(6.3.4)继续低温加热至完全溶解。加入 4 mL 硝酸(6.3.3)并加热 2 min~3 min。

6.6.3.3.3 取下表面皿,继续加热至冒白烟约 3 min~5 min。冷却至室温后,用少量水冲洗烧杯壁,加热至冒浓白烟 2 min~3 min。

6.6.3.3.4 烧杯中残留的硫酸量将影响发射强度。因此,建议残留的硫酸体积应保持恒定。也可采用内标法消除影响。

6.6.3.3.5 冷却至室温,加入 20 mL 盐酸(6.3.1)和少量水溶解盐类。

6.6.3.3.6 分别加入 0.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL 铁标准溶液(6.3.11),将溶液移入 100 mL 容量瓶中。

6.6.3.3.7 加入 5.0 mL 钴(6.3.8)、钇(6.3.9)或镧(6.3.10)内标液,用水稀释至刻度,混匀。

6.6.3.4 用硫酸溶解试样(适用于 6.6.4.4)。

6.6.3.4.1 称取 4 份纯钛(6.3.7),每份 0.50 g,置于 100 mL 锥形瓶中。

6.6.3.4.2 加入 40 mL 硫酸(6.3.6),缓慢加热至钛完全溶解(加水保持体积恒定)。逐滴加入硝酸(6.3.2)使钛氧化,继续加热至溶液冒白烟,冷却至室温。

6.6.3.4.3 取下表面皿,分别加入 0.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL 铁标准溶液(6.3.11),将溶液移入 100 mL 容量瓶。用水稀释至刻度,混匀。

6.6.4 试液的制备

6.6.4.1 总则

试液的制备按 6.6.4.2、6.6.4.3 或 6.6.4.4 进行。

6.6.4.2 硝酸和氢氟酸溶解试样。

注:本方法适用于钛(包括商业纯钛)及钛合金中铁的测定。

6.6.4.2.1 将试料置于 200 mL 聚乙烯烧杯中。

6.6.4.2.2 加入 50 mL 硝酸(6.3.3)和 10 mL 氢氟酸(6.3.4),盖上聚乙烯表面皿,水浴加热至完全溶解。继续加热驱除氮的氧化物。冷却至室温。

6.6.4.2.3 取下表面皿,将溶液移入 100 mL 容量瓶中。

6.6.4.2.4 加入 5.0 mL 钴内标溶液(6.3.8),用水稀释至刻度,混匀,并立刻转移至干燥的聚乙烯或聚四氟乙烯瓶中保存。

6.6.4.3 硫酸和氢氟酸溶解试样。

注:本方法适用于钛(包括商业纯钛)及钛合金中铁的测定。

6.6.4.3.1 将试料置于 200 mL 聚四氟乙烯烧杯中。

6.6.4.3.2 加入 20 mL 硫酸(6.3.5)和 4 mL 氢氟酸(6.3.4),盖上聚四氟乙烯表面皿,低温加热分解试样。如果溶解不完全,可加入少量氢氟酸(6.3.4)继续加热至分解完全。加入 4 mL 硝酸(6.3.3)加热 2 min~3 min。

6.6.4.3.3 取下表面皿,继续加热至冒白烟约 3 min~5 min,冷却至室温,用少量水冲洗杯壁,加热至冒浓白烟 2 min~3 min。

6.6.4.3.4 烧杯中残留的硫酸量将影响发射强度。因此,建议残留的硫酸体积应保持恒定。也可采用内标法消除影响。

6.6.4.3.5 冷却至室温,加入 20 mL 盐酸(6.3.1)和少量水溶解盐类。

6.6.4.3.6 冷却至室温后,移入 100 mL 容量瓶中。

6.6.4.3.7 加入 5.0 mL 钴(6.3.8)、钇(6.3.9)或镧(6.3.10)内标液,用水稀释至刻度,混匀。

6.6.4.4 用硫酸溶解样品(用钛作内标)。

注:本方法用钛作内标,仅适用于商业纯钛中铁的测定。

6.6.4.4.1 将试料置于 100 mL 锥形瓶中。

6.6.4.4.2 加入 40 mL 硫酸(6.3.6),缓慢加热至钛完全溶解(加水保持体积恒定)。逐滴加入硝酸(6.3.2)使钛氧化,继续加热至冒白烟,冷却至室温。

6.6.4.4.3 移入 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.6.5 测定

6.6.5.1 总则

6.6.5.1.1 检查各系统的连接,开启仪器,选择恰当的背景校正位置,然后点燃等离子体火焰,稳定 30 min。

6.6.5.1.2 在原子发射光谱仪上,利用内标法测定发射强度。

6.6.5.1.3 当设备具有计算机系统控制功能时,工作曲线的建立、校标(漂移校正、标准化、重新校准)和铁含量的测定应按照计算机软件操作说明书的要求进行。

6.6.5.2 工作曲线的绘制

用 ICP 原子发射光谱仪测定标准溶液。在表 3 给出的相应波长下同时测定铁和内标元素(Co, Y, La 或 Ti)的发射强度。

根据式(10)计算铁和内标元素的发射强度比。

$$R = I_{\text{Fe}}/I_{\text{IS}} \quad \dots\dots\dots (10)$$

式中:

R ——铁和内标元素的发射强度比;

I_{Fe} ——铁的发射强度;

I_{IS} ——内标元素的发射强度。

以铁的质量浓度(mg/100 mL)为横坐标,发射强度比为纵坐标绘制工作曲线。确保线性相关系数优于 0.999。平行移动相关曲线,使之通过坐标原点。

表 3 测定元素及波长

元 素	波长/nm
Fe	238.20 或 259.94
Co	228.62
Y	371.03
La	398.85
Ti	255.60 或 333.21*

* 如果 Fe 在 238.20 nm 测量,则 Ti 255.59 nm 应作为内标线;如果 Fe 在 259.94 nm 测量,则 Ti 333.211 nm 应作为内标线。

6.6.5.3 试液的测定

用 ICP 原子发射光谱仪测定试液。在表 3 给出的相应波长下同时测定铁和内标元素(Co, Y, La 或 Ti)的发射强度。根据式(10)计算铁和内标元素的发射强度比。从工作曲线上查出试液中相应的铁的质量浓度(mg/100 mL)。

6.7 分析结果的计算

铁含量以铁的质量分数 w_{Fe} 计,数值以%表示,按式(11)计算:

$$w_{\text{Fe}} = \frac{\rho_6 - (\rho_7 - \rho_8)}{m} \times 100 \times 10^{-3} \quad \dots\dots\dots (11)$$

式中：

ρ_6 ——试液中铁的质量浓度，单位为毫克每 100 毫升(mg/100 mL)；

ρ_7 ——空白溶液中铁的质量浓度，单位为毫克每 100 毫升(mg/100 mL)；

ρ_8 ——6.6.3.2, 6.6.3.3 或 6.6.3.4 中纯钛(6.3.7)中铁的质量浓度，单位为毫克每 100 毫升(mg/100 mL)；

m ——试料质量，单位为克(g)。

结果表示至小数点后第三位。

同一试样两次测定结果的差值不超过相应的允许差范围 [式(12)、式(13)、式(14)、式(15)、式(16)或式(17)]。如果超过，应重新进行分析。

6.8 精密度

6.8.1 总则

本方法的允许差按式(12)、式(13)、式(14)、式(15)、式(16)和式(17)表示。

6.8.2 当铁含量小于 0.25%时：

重复性限：

$$2.8 \times [0.00188 \times (w_{Fe}) + 0.0003]\% \dots\dots\dots(12)$$

实验室内再现性限：

$$2.8 \times [0.00275 \times (w_{Fe}) + 0.0006]\% \dots\dots\dots(13)$$

实验室间再现性限：

$$2.8 \times [0.0965 \times (w_{Fe}) + 0.0010]\% \dots\dots\dots(14)$$

6.8.3 当铁含量大于 0.25%时：

重复性限：

$$2.8 \times [0.00775 \times (w_{Fe}) + 0.0010]\% \dots\dots\dots(15)$$

实验室内再现性限：

$$2.8 \times [0.01161 \times (w_{Fe}) - 0.00157]\% \dots\dots\dots(16)$$

实验室间再现性限：

$$2.8 \times [0.02258 \times (w_{Fe}) - 0.0017]\% \dots\dots\dots(17)$$

附录 A

(资料性附录)

本部分与 ISO 22960:2008、ISO 22961:2008、22962:2008 相比的结构变化情况

表 A.1 给出了本部分与 ISO 22960:2008、ISO 22961:2008、22962:2008 的章条号对照情况。

表 A.1 对照情况

本标准章条编号	对应标准章条号
1	1[ISO 22960:2008(E), ISO 22961:2008(E), ISO 2292:2008(E)]
2	2[ISO 22960:2008(E), ISO 22961:2008(E), ISO 22962:2008(E)]
3.1	4.1[ISO 22960:2008(E), ISO 22961:2008(E), ISO 22962:2008(E)]
3.2	5.2[ISO 22960:2008(E), ISO 22961:2008(E), ISO 22962:2008(E)]
4.4.1	1[ISO 22960:2008(E)]
4.2	3[ISO 22960:2008(E)]
4.3	4[ISO 22960:2008(E)]
4.4	5[ISO 22960:2008(E)]
4.5	6[ISO 22960:2008(E)]
4.6,4.6.1,4.6.2	7,7.1,7.2[ISO 22960:2008(E)]
4.6.3,4.6.3.1,4.6.3.2,4.6.3.3	7.3[ISO 22960:2008(E)]
4.6.4,4.6.4.1,4.6.4.2,4.6.4.3,4.6.4.4,4.6.4.5	7.4,7.5[ISO 22960:2008(E)]
4.7	8[ISO 22960:2008(E)]
4.8	9[ISO 22960:2008(E)]
4.9	-[ISO 22960:2008(E)]
5.5.1	1[ISO 22961:2008(E)]
5.2	3[ISO 22961:2008(E)]
5.3	4[ISO 22961:2008(E)]
5.4	5[ISO 22961:2008(E)]
5.5	6[ISO 22961:2008(E)]
5.6	7[ISO 22961:2008(E)]
5.6.1	7.1[ISO 22961:2008(E)]
5.6.2	7.2[ISO 22961:2008(E)]
5.6.3	7.3[ISO 22961:2008(E)]
5.6.3.1	7.3.1[ISO 22961:2008(E)]
5.6.3.2,5.6.3.2.1,5.6.3.2.2,5.6.3.2.3	7.3.2[ISO 22961:2008(E)]

表 A.1 (续)

本标准章条编号	对应标准章条号
5.6.3.3, 5.6.3.3.1, 5.6.3.3.2, 5.6.3.3.3, 5.6.3.3.4	7.3.3[ISO 22961;2008(E)]
5.6.4, 5.6.4.1, 5.6.4.2, 5.6.4.3	7.4[ISO 22961;2008(E)]
5.6.5	7.5[ISO 22961;2008(E)]
5.7	8[ISO 22961;2008(E)]
5.8	9[ISO 22961;2008(E)]
5.9	-[ISO 22961;2008(E)]
6.6.1	1[ISO 22962;2008(E)]
6.2	3[ISO 22962;2008(E)]
6.3	4[ISO 22962;2008(E)]
6.4	5[ISO 22962;2008(E)]
6.5	6[ISO 22962;2008(E)]
6.6	7[ISO 22962;2008(E)]
6.6.3.2, 6.6.3.2.1, 6.6.3.2.2, 6.6.3.2.3, 6.6.3.2.4	7.3.2[ISO 22962;2008(E)]
6.6.3.3, 6.6.3.3.1, 6.6.3.3.2, 6.6.3.3.3, 6.6.3.3.4, 6.6.3.3.5, 6.6.3.3.6, 6.6.3.3.7	7.3.3[ISO 22962;2008(E)]
6.6.3.4, 6.6.3.4.1, 6.6.3.4.2, 6.6.3.4.3	7.3.4[ISO 22962;2008(E)]
6.6.4.2, 6.6.4.2.1, 6.6.4.2.2, 6.6.4.2.3, 6.6.4.2.4	7.4.2[ISO 22962;2008(E)]
6.6.4.3, 6.6.4.3.1, 6.6.4.3.2, 6.6.4.3.3, 6.6.4.3.4, 6.6.4.3.5, 6.6.4.3.6, 6.6.4.3.7	7.4.3[ISO 22962;2008(E)]
6.6.4.4, 6.6.4.4.1, 6.6.4.4.2, 6.6.4.4.3	7.4.4[ISO 22962;2008(E)]
6.6.5.1, 6.6.5.1.1, 6.6.5.1.2, 6.6.5.1.3	7.5.1[ISO 22962;2008(E)]
6.7	8[ISO 22962;2008(E)]
6.8	9[ISO 22962;2008(E)]
6.9	-[ISO 22962;2008(E)]

附 录 B
(资料性附录)

**本部分方法 1 与 ISO 22960:2008;方法 2 与 ISO 22961:2008;
方法 3 与 ISO 22962:2008 的技术性差异及其原因**

本部分方法 1 与 ISO 22960:2008;方法 2 与 ISO 22961:2008;方法 3 与 ISO 22962:2008 的技术性差异及其原因见表 B.1。

表 B.1

本部分章条编号	技术性差异	原 因
4.6.4.3	将“用水稀释至约 80 mL”改为“用水稀释至约 70 mL”	增加可操作性,便于标准的执行
4.6.4.4	增加“如试样中含铜,镍等,则补加 10 mL 1, 10-二氮杂菲溶液(4.3.8)”	提高了数据的准确性
5.1	测定范围从“0.005%~2.00%”改为“0.01%~2.00%”	提高了数据的准确性
5.3.5,6.3.7	“ $w_{Ti} \geq 99\%$ ”改为“ $w_{Ti} \geq 99.95\%$ ”	提高了数据的准确性
6.3.11	改变铁标液的浓度	增加可操作性,便于标准的执行
6.6.2	细化试剂空白的描述	
6.6.3.2.3,6.6.3.3.6,6.6.3.4.3	改变铁标液的加入量	
6.6.3.3.2,6.6.3.3.3, 6.6.4.3.2,6.6.4.3.3	细化加热时间的描述	