



中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.22—2017
代替 GB/T 4698.22—1996

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 22 部分：铌量的测定 5-Br-PADAP 分光光度法和 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of titanium sponge, titanium and titanium alloys—
Part 22: Determination of niobium content—
5-Br-PADAP spectrophotometry and
inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2017-09-29 发布

2018-07-01 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 28 个部分：

- 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 1,10-二氮杂菲分光光度法、火焰原子吸收光谱法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 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 姜黄素分光光度法和电感耦合等离子体质谱法；
- 第 7 部分：氧量、氮量的测定 惰气熔融-红外吸收/热导法和蒸馏分离-奈斯勒试剂分光光度法；
- 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；
- 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：锆量的测定 EDTA 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 高频燃烧-红外吸收法；
- 第 15 部分：氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法；
- 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 硫氰酸盐示差分光光度法；
- 第 21 部分：多元素杂质量的测定 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：钨量和钽量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 27 部分：钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 28 部分：钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 4698 的第 22 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 4698.22—1996《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 5-Br-PADAP 分光光度法测量铈量》。

本部分与 GB/T 4698.22—1996 相比主要变化如下：

- 保留原方法，测定范围由原 0.20%~3.00% 扩至 0.10%~3.20%，补充了精密度与试验报告条款。
- 新增加电感耦合等离子体发射光谱法，铈量测定范围为 0.10%~16.00%。

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 4698.22—2017

本部分起草单位：西北有色金属研究院、北京有色金属研究总院、西部金属材料股份有限公司、遵义钛业股份有限公司、宝钛集团有限公司、广州有色金属研究院、朝阳金达钛业股份有限公司、贵州省分析测试研究院。

本部分主要起草人：禄妮、杨平平、刘雷雷、李波、孙宝莲、王晓艳、佟伶、张斌、刘厚勇、王立、翟通德、王大平、张天姣、王津、张瑾洁、瞿昕薇、熊晓燕、雷小燕、刘伟、罗霖、秦军荣、李虹昭、张颖。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4698.22—1996。

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

第 22 部分：铌量的测定

5-Br-PADAP 分光光度法和 电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 4698 的本部分规定了海绵钛、钛及钛合金中铌量的测定方法。

本部分适用于海绵钛、钛及钛合金中铌量的测定。测定范围：方法一 0.10%~3.20%；方法二 0.10%~16.00%。

2 方法一（仲裁法） 5-Br-PADAP 分光光度法

2.1 方法提要

试料用硫酸溶解。在酒石酸和 EDTA 的存在下，在酸性介质中铌与 5-Br-PADAP 生成有色络合物，于分光光度计 610 nm 波长处测量其吸光度。

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 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

2.2.2 硫酸(1+1)。

2.2.3 酒石酸溶液(240 g/L)。

2.2.4 酒石酸溶液(60 g/L)。

2.2.5 氨水(1+1)。

2.2.6 硫酸(5+95)。

2.2.7 EDTA($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot H_2O$)溶液(100 g/L)。

2.2.8 5-Br-PADAP(2-(5-Br-2-吡啶偶氮)-5-二乙氨基苯酚)乙醇溶液(0.3 g/L)。

2.2.9 钛基体溶液：称取 0.10 g 金属钛($w_{Ti} \geq 99.95\%$, $w_{Nb} < 0.001\%$)于 100 mL 烧杯中，加入 10 mL 硫酸(2.2.2)加热溶解，滴加硝酸(2.2.1)至溶液紫色消失，继续加热至溶液刚冒硫酸烟，冷却，移入 200 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.5 mg 钛。

2.2.10 铌标准贮存溶液：称取 0.715 3 g 五氧化二铌($w_{Nb_2O_5} \geq 99.95\%$)于铂坩埚中，加入 10 g 焦硫酸钾，于喷灯上加热至熔融清亮，冷却，用热的酒石酸溶液(100 g/L)浸出熔块，置于 500 mL 烧杯中，在不断的搅拌下加热至澄清，冷却，移入 500 mL 容量瓶中，以酒石酸溶液(100 g/L)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铌。

2.2.11 铌标准溶液：移取 10.00 mL 铌标准贮存溶液(2.2.10)，置于 1 000 mL 容量瓶中，以酒石酸溶液(2.2.4)稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 10 μ g 铌。

2.2.12 对硝基酚溶液(1 g/L)。

2.3 仪器

分光光度计。