



中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.26—20××

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 26 部分：钽和钨含量的测定 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 26: Determination of tantalum and tungsten content

—Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

(送审稿)

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 GB/T 4698《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法》的第26部分。GB/T 4698 已经发布了以下部分：

- 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 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原子发射光谱法；
 - 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：钴量的测定 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：钼量的测定 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：铋量的测定 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：钨量的测定 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 氯化银比浊法；
 - 第26部分：钽和钨含量的测定 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；
 - 第29部分：铝、碳、铬、铜、铁、锰、钼、镍、硅、锡、钒、钴含量的测定 光电直读光谱法；
- 请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC243）归口。

本文件起草单位：宝钛集团有限公司，宝鸡钛业股份有限公司，西安汉唐分析检测有限公司，国标（北京）检验认证有限公司、攀钢集团攀枝花钢铁研究院有限公司、宝鸡钛谷新材料检测公司、承德天

GB/T 4698.26—20××

大钒业有限责任公司、陕西亿创钛锆检测有限公司、国核锆铪理化检测有限公司、新疆湘润新材料科技有限公司。

本文件主要起草人：李剑、李震乾、卢凡、李小龙、刘雷雷、张天广、王强、白焕焕、罗枫、刘佳与、谢晓雪、岳旭、成勇、刘力维、蒋明月、李婷。

引 言

钛合金具有比强度高、耐腐蚀性好、耐热、耐低温等特点，广泛应用于航空、航天、核能、武器装备、海洋、化工等领域。电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）以其灵敏度高、精密度好、线性范围宽、可同时进行多种元素分析、检测效率高等优点，已广泛应用于钛及钛合金中元素含量的测定。

GB/T 4698 旨在确立海绵钛、钛及钛合金化学分析方法，由 29 部分组成。

——第 1 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于确立铜含量的测定方法。

——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。目的在于确立铁含量的测定方法。

——第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法。目的在于确立硅含量的测定方法。

——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。目的在于确立锰含量的测定方法。

——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。目的在于确立钼含量的测定方法。

——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原子发射光谱法。目的在于确立硼含量的测定方法。

——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。目的在于确立氧含量和氮含量的测定方法。

——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。目的在于确立铝含量的测定方法。

——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。目的在于确立锡含量的测定方法。

——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。目的在于确立铬含量的测定方法。

——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。目的在于确立钒含量的测定方法。

——第 13 部分：钴量的测定 EDTA 滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立钴含量的测定方法。

——第 14 部分：碳量的测定 高频燃烧-红外吸收法。目的在于确立碳含量的测定方法。

——第 15 部分：氢量的测定 惰气熔融-红外吸收法/热导法。目的在于确立氢含量的测定方法。

——第 17 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于确立镁含量的测定方法。

——第 18 部分：锡量的测定 火焰原子吸收光谱法。目的在于确立锡含量的测定方法。

——第 19 部分：钨量的测定 硫氰酸盐示差分光光度法。目的在于确立钨含量的测定方法。

——第 21 部分：多元素杂质量的测定 原子发射光谱法。目的在于确立多元素杂质含量的测定方法。

——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。目的在于确立铌含量的测定方法。

——第 23 部分：钽量的测定 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。

目的在于确立钼含量的测定方法。

——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。目的在于确立镍含量的测定方法。

——第 25 部分：氯量的测定 氯化银比浊法。目的在于确立氯含量的测定方法。

——第 26 部分：钽和钨含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立钽量和钨量的测定方法。

——第 27 部分：铍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立铍含量的测定方法。

——第 28 部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立钒含量的测定方法。

——第 29 部分：铝、碳、铬、铜、铁、锰、钼、镍、硅、锡、钇、锆含量的测定 光电直读光谱法；目的在于确立铝、碳、铬、铜、铁、锰、钼、镍、硅、锡、钇、锆含量的测定方法。

本文件完善了钛及钛合金的生产产业链，对提高钛及钛合金产品质量、扩大应用领域、开拓产品市场具有重要意义。

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

第 26 部分：钽和钨含量的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

警示—使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件规定了海绵钛、钛及钛合金中钽、钨含量的测定方法。

本文件适用于海绵钛、钛及钛合金中钽、钨含量的测定。测定范围：0.005%~2.50%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语

3 术语和定义

GB/T 17433 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试料以硝酸和氢氟酸溶解，用电感耦合等离子体原子发射光谱法进行测定，于各元素选定的波长处测量其发射强度。采用工作曲线法计算各元素的质量浓度，以质量分数表示测定结果。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂。

5.1 水，GB/T 6682，二级。

5.2 氢氟酸（ $\rho=1.13\text{ g/mL}$ ）。

GB/T 4698.26—20××

5.3 硝酸 ($\rho=1.42\text{ g/mL}$)。

5.4 硝酸 (1+1)。

5.5 金属钽 (质量分数大于 99.99%，且钽、钨的质量分数不大于 0.001%)。

5.6 标准贮存溶液：可采用市售能够量值溯源的有证标准溶液，也可按照 5.7 和 5.8 配制方式进行配制使用。

5.7 钽标准贮存溶液：称取 1.0000 g 金属钽 ($w_{Ta}\geq 99.95\%$) 于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 25 mL 硝酸 (5.3)，加入 25 mL 氢氟酸 (5.2)，盖上聚四氟乙烯表面皿，低温加热溶解，冷却，移入 1000 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钽。

5.8 钨标准贮存溶液：称取 1.0000 g 金属钨 ($w_W\geq 99.99\%$) 于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10 mL 硝酸 (5.4)，再分次加入 5 mL 氢氟酸 (5.2)，盖上聚四氟乙烯表面皿，低温加热溶解，冷却，移入 1000 mL 塑料容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钨。

5.9 钽钨混合标准溶液：分别移取 10.00 mL 钽标准贮存溶液 (5.7) 和 10.00 mL 钨标准贮存溶液 (5.8) 于 100 mL 塑料容量瓶中，补加 5 mL 硝酸 (5.3)，2 mL 氢氟酸 (5.2) 用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 μg 钽和 100 μg 钨。

5.10 氩气 (体积分数不小于 99.99%)。

6 仪器设备

6.1 电感耦合等离子体原子发射光谱仪，具备耐氢氟酸进样系统。

6.2 钽元素推荐分析谱线 240.063nm，钨元素推荐分析谱线 207.912nm。

7 样品

将样品加工成长度不大于 5 毫米的碎屑或将样品加工成粉末。

8 试验步骤

8.1 试料

称取样品 (7) 0.50g，精确至 0.0001g。

8.2 空白试验

随同试料做空白试验，当基体或合金成分影响待测元素测定结果，应进行基体或基体合金成分匹配。

8.3 分析试液的制备

将试料(8.1)置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 5 mL~10 mL 水,分次加入 2 mL 氢氟酸(5.2),待溶解反应停止,滴加 1 mL~2 mL 硝酸(5.3)至试料溶解完全且溶液清亮;若部分试料溶解不完全,可以采用低温加热(≤ 70 °C)溶解,冷却,移入 100 mL 塑料容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

8.4 工作曲线溶液的配制

8.4.1 工作曲线溶液 A 的配制(钽和钨的质量分数 0.005%~0.10%)

分别称取 0.50 g 金属钽(5.5)于一组 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,按照 8.3 步骤将其溶解,冷却后移入一组 100 mL 塑料容量瓶中,分别加入钽钨混合标准溶液(5.9) 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、2.50 mL、5.00 mL,用水稀释至刻度,混匀。

8.4.2 工作曲线溶液 B 的配制(钽和钨的质量分数大于 0.10%~2.50%)

分别称取 0.50 g 金属钽(5.5)于一组 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,按照 8.3 步骤将其溶解,冷却后移入一组 100 mL 塑料容量瓶中,分别加入钽标准贮存溶液(5.7)和钨标准贮存溶液(5.8) 0 mL、0.50 mL、2.50 mL、5.00 mL、12.5 mL,用水稀释至刻度,混匀。

8.5 测定

8.5.1 根据试液(8.3)中钽和钨元素的含量范围,选择与待测元素含量相近的系列工作曲线溶液(8.4),于电感耦合等离子体原子发射光谱仪上,在推荐的波长处测定系列校准溶液(8.4)中各元素的发射强度,以浓度为横坐标,发射强度为纵坐标,绘制工作曲线,确保各元素工作曲线线性相关系数 r 不小于 0.999。

8.5.2 在 8.5.1 绘制好的工作曲线下,进行空白溶液(8.2)和试液(8.3)的测定,检查各待测元素谱线的背景并在适当的位置进行背景校正,软件自动计算得到各待测元素的质量浓度。

9 试验数据处理

待测元素含量以质量分数 w_x 计,按公式(1)计算:

$$w_x = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中:

ρ_1 ——自工作曲线上查得的分析试液中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

ρ_0 ——自工作曲线上查得的空白溶液中待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——测试试液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试料的质量,单位为克(g);

x ——待测元素。

当测定结果小于 0.10% 时,结果保留两位有效数字;当测定结果不小于 0.10% 时,保留至小数点后两位。数字修约执行 GB/T 8170。

10 精密度

10.1 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（ r ），超过重复性限（ r ）情况不超过 5%。重复性限（ r ）按表 1 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 1 重复性限

元素	w %	r %
Ta	0.010	0.002
	0.41	0.04
	1.91	0.04
	2.41	0.05
W	0.010	0.001
	0.15	0.02
	0.77	0.04
	2.29	0.06

10.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限（ R ），超过再现性限（ R ）的情况不超过 5%，再现性限（ R ）按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2 再现性限

元素	w %	R %
Ta	0.010	0.002
	0.41	0.04
	1.91	0.06
	2.41	0.08
W	0.010	0.002
	0.15	0.02
	0.77	0.04
	2.29	0.09

11 试验报告

试验报告应至少包括下列内容：

- a) 样品；
- b) 本文件编号；
- c) 分析结果及其表示；

- d) 与基本分析步骤的差异；
- e) 测定中观察到的异常现象；
- f) 试验日期。

附录 A

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度试验原始数据是 2023 年由 9 家实验室分别对海绵钛、钛及钛合金中钽、钨 4 个不同水平样品进行共同试验确定。每个实验室分别对每个水平的钽、钨含量在重复性条件下独立测定 11 次。数据统计结果见表 A.1~A.4。

表 A.1 水平 1 统计结果

元素	结果可接受的 实验室个数	可接受的 数据个数	平均值 /%	重复性标准差 S_r	再现性标准差 S_R	重复性限 r /%	再现性限 R /%
Ta	9	99	0.010	0.0004	0.0005	0.002	0.002
W	9	99	0.010	0.0003	0.0004	0.001	0.002

表 A.2 水平 2 统计结果

元素	结果可接受的 实验室个数	可接受的 数据个数	平均值 /%	重复性标准差 S_r	再现性标准差 S_R	重复性限 r /%	再现性限 R /%
Ta	9	99	0.41	0.011	0.013	0.04	0.04
W	9	99	0.15	0.004	0.004	0.02	0.02

表 A.3 水平 3 统计结果

元素	结果可接受的 实验室个数	可接受的 数据个数	平均值 /%	重复性标准差 S_r	再现性标准差 S_R	重复性限 r /%	再现性限 R /%
Ta	9	99	1.90	0.014	0.020	0.04	0.06
W	9	99	0.77	0.012	0.016	0.04	0.04

表 A.4 水平 4 统计结果

元素	结果可接受的 实验室个数	可接受的 数据个数	平均值 /%	重复性标准差 S_r	再现性标准差 S_R	重复性限 r /%	再现性限 R /%
Ta	9	99	2.41	0.015	0.028	0.05	0.08
W	9	99	2.29	0.022	0.029	0.06	0.09