

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

第 25 部分：氯含量的测定

氯化银分光光度法

编

制

说

明

(预审稿)

西安汉唐分析检测有限公司

2026 年 1 月

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

第 25 部分：氯含量的测定

氯化银分光光度法

编制说明

一、工作简况

（一）任务来源

根据国标委发【2025】43号《国家标准委关于下达2025年第七批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》有色金属国家标准《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第25部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法》修订项目由全国有色金属标准化技术委员会负责归口，由西安汉唐分析检测有限公司负责起草，项目计划编号20253831-T-610，项目周期为18个月，完成年限为2026年12月。

（二）修订背景

近年来，国内钛及钛合金产业发展迅速，已成为世界钛材生产和消费大国。生产规模位居世界前列，国内的海绵钛和钛加工材的产量已跃居世界第一位。同时，在大规格棒材锻造等关键技术上也取得了突破，逐步实现了直径500mm至650mm大规格棒材的批量化生产。

氯含量高对钛材的影响主要体现在加工制造、材料性能和使用寿命三个方面。海绵钛是生产钛材的原料，若其氯含量高，在后续的熔炼铸锭过程中，会导致气体杂质含量偏高、气孔增多，并腐蚀真空系统，降低熔炼设备的使用寿命；原料中的氯含量高，会使钛锭中残留的高熔点颗粒增加，对后续的轧制、锻造等加工工序以及最终钛材的性能产生不利影响；氯含量高会增加熔炼难度、损害材料的力学与耐腐蚀性能，并显著缩短其服役寿命。

目前，现行标准GB/T 4698.25—2017主要应用于海绵钛中氯元素含量的测定，其中使用分散剂为丙酮，属易制毒化学品，现为国家管控试剂，采购手续繁琐，使用过程中存在特殊气味，故提出使用乙醇代替丙酮作为分散剂；市场出现对钛合金TC4、TC17中氯元素含量检测要求，对于TA15、Ti55531、TC17等钒、铬、镍、钼含量较高的钛合金，溶解样品后溶液存在一定颜色，会对吸光度产生影响，因此需修订标准，增加参比溶液消除基体颜色干扰，解决此类钛合金中Cl元素测定的需求。

本标准的修订进一步推进检测标准化，提高准确性与可比性，适应行业技术发展需求，进一步减少行业检测差距，减少因检测方法差异引发的贸易纠纷，促进钛产业良性向上发展，助力高端制造，提升国际竞争力。

（三）主要参加单位和工作成员及其所作的工作

1. 主要参加单位及其分工

本文件起草单位：西安汉唐分析检测有限公司。

西安汉唐分析检测有限公司作为标准主编单位，在工作前期，对钛及钛合金钌元素的检测需求和现阶段国内外检测方法现状进行了充分的调研和梳理，并制定了系统的研究方案。在标准制定过程中，完成了修订意见的征集与调研；完成了分析方法的研究工作；撰写了标准文件、研究报告和编制说明。

2. 主要参与人员及其分工

西安汉唐分析检测有限公司主要参与人：禄妮、魏彤、张小燕。禄妮负责试验的设计、分析方法的研究、监管测量的执行，撰写标准文本、研究报告和编制说明；魏彤负责根据标准测量方法实施测量，报告测试中遇到的异常现象和困难；张小燕负责试验样品收集和分发、实验室征集、意见汇总与处理、统计数据等。

（四）主要工作过程

西安汉唐分析检测有限公司联合各参编单位成立了标准编制组，对标准编写工作进行了部署和分工。研究确定了技术路线和试验方案，积极开展标准验证工作和统计工作。主要工作过程经历了以下几个阶段。

1. 预研阶段

2023年12月，西安汉唐分析检测有限公司调研标准使用单位、生产单位的修订意见与需求，整理完成《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第25部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法》标准项目建议书、标准草案及标准立项说明。

2. 立项阶段

2024年4月，西安汉唐分析检测有限公司向全国有色金属标准化技术委员会提交了《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第25部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法》标准项目建议书、标准草案及标准立项说明等材料，全体委员会议论证为同意国家标准立项。由秘书处组织委员投票，投票通过后转报国家标准化管理委员会，并挂网向社会公开征求意见。

2025年8月，国家标准化管理委员会下达《国家标准委关于下达2025年第七批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》文件通知，正式下达标准制定任务。项目计划编号为20253831-T-610，项目周期为16个月，计划完成年限为2026年12月，归口单位为全国有色金属标准化技术委员会。

3. 起草阶段

(1) 任务落实

2025年9月，在西安举办的全国有色金属标准化技术委员会及各分技术委员会上，形成《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第25部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法》标准任务落实会议纪要。会上确定了该标准由西安汉唐分析检测有限公司牵头制定。

(2) 意见征求

2025年9月，在西安举办的全国有色金属标准化技术委员会及各分技术委员会上，西安汉唐分析检测有限公司针对标准修订提出意见征求，发放征求意见表，参与调研的单位数28个；参与完成调研回函的单位数26个；回函并有建议或意见的单位数4个；意向参与验证的单位数10个。

(3) 样品收集及试验研究

2025年10月，西安汉唐分析检测有限公司委托西部超导材料科技股份有限公司、西部金属材料股份有限公司根据市场海绵钛、钛及钛合金的生产和应用情况，开展试验样品的设计、选材和制备，完成分析方法样品的收集工作。

2025年9月~11月，西安汉唐分析检测有限公司根据征求意见调研结果，开展了大量的系统性试验研究，包括样品的分散剂选择、分散剂加入量、水浴加热温度及时间、硝酸银加入量、比色完成时间的确定、方法检出限和定量限的试验研究、精密度和正确度的试验研究，形成《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第25部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法》讨论稿和研究报告。

(3) 标准讨论会

2025年12月1日~3日，全国稀有金属标准化技术委员稀有金属分标委在厦门召开《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第25部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法》标准讨论会。来自有色金属技术经济研究院有限责任公司、广东省科学院工业分析检测中心、国标（北京）检验认证有限公司、宝钛集团有限公司、国合通用测试评价股份公司、金堆城铝业股份有限公司、西部新锆核材料科技有限公司、西部超导材料科技股份有限公司、承德天大钒业有限责任公司、新疆湘润新材料科技有限公司等30余名代表参会。各单位对《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第25部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法》的项目背景、标准变化内容等编制说明情况进行了汇报，与会专家代表对本标准文件进行了审阅和讨论，并提出了宝贵意见。

4. 征求意见阶段

(1) 标准在线征求意见

编制组通过发函、中国有色金属标准质量信息网上公开和会议等形式对《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第25部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法》征询意见。

(2) 标准征求意见会议

5. 送审阶段

二、标准化文件编制原则

本标准起草过程遵循以下原则。

（一）规范性

本标准根据 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》和 GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求进行编写的；并按照 GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》进行试验设计和数理统计分析。

（二）先进性

氯是海绵钛、钛及钛合金中的杂质元素，来源较为复杂，影响因素也较多，在实际生产中的波动范围也比较大。布氏硬度是材料质量的重要指标，氯杂质对材料布氏硬度有间接影响，随着海绵钛、钛及钛合金生产工艺的改进、技术装备水平的提高，海绵钛、钛及钛合金产品质量得到进一步提升，对海绵钛、钛及钛合金中氯量的检测提出了更高的要求。

国外标准，如日本 JIS H1615 和原苏联 GOST 9853 标准，基本采用（氯化银或硫化银）光度法及电位滴定法，也有采用离子选择性电极法、ICP-AES 法进行测定的文献报道。本次标准是对国标 GB/T4698.25—2017《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第25部分：氯量的测定 氯化银分光光度法》的修订。修订后测定范围为 0.010%~0.50%，可满足目前行业内所有海绵钛、钛及钛合金中氯量的测定需求。

该标准的修定对原标准的分散剂及其用量、水浴温度及时间、测定条件、精密度数据进行相关试验，使用更环保的乙醇替代丙酮作为分散剂，同时降低能耗将水浴温度降低，践行服务绿色发展的理念，有助于推动检测技术绿色转型，同时进一步推进行业检测水平向上，满足钛产业加速发展的需求。

（三）适用性

本标准以满足我国钛及钛合金实际检测需求为原则，能够满足客户需求及钛合金的相关产品标准要求的测定元素及范围，对生产企业的技术进步产生积极的促进作用。

（四）合规性

充分考虑国家法律、安全、卫生、环保法规的要求。

三、标准主要内容的确定依据及主要试验和验证情况分析

（一）技术内容的变化

现行标准 GB/T 4698.25—2017 主要应用于海绵钛中氯元素含量的测定，其中使用分散剂为丙酮，属易制毒化学品，现为国家管控试剂，采购手续繁琐，使用过程中存在特殊气味，故提出使用乙醇代替丙酮作为分散剂；市场出现对钛合金 TC4；TC17 中氯元素含量检测要求，对于 TA15、Ti55531、TC17 等钒、铬、镍、钼含量较高的钛合金，溶解样品后溶液存在一定颜色，会对吸光度产生影响，因此需修订标准，增加参比溶液消除基体颜色干扰，解决此类钛合金中 Cl 元素测定的需求。

鉴于以上，本项目对原 GB/T 4698.25-2017 进行修订，主要修订内容如下：

- 测定范围由“0.010%~0.40%”改为“0.010%~0.50%”（见第1章，2017年版第1章）；
- 将“丙酮”改为“无水乙醇”（见 5.4，2017年版的 3.4）；
- 测定步骤由原来的“海绵钛、钛及钛合金测定”细分为“海绵钛及无色钛及钛合金溶液”及“有色钛合金溶液”两部分（见 7.3.3、7.3.4，2017年版的 6.4）；
- 新增“有色钛合金溶液”测定方法（见 7.3.4）。
- 无水乙醇加入量为 3 mL（见 7.3.3.1、7.3.4.1）。
- 硝酸银加入量由“1 mL”改为“2 mL”（见 7.3.3.1、7.3.4.1）；
- 水浴温度由“65°C±5°C”改为“40°C±5°C”（见 7.3.3.2）；
- 增加了“规范性引用文件”（见第2章）；
- 增加了“术语与定义”（见第3章）；

（二）测定范围

根据 GB/T 2524—2019《海绵钛》产品标准化学成分规定，氯元素含量为 0_A级≤0.06%到 5 级≤0.30%。同时 GB/T 3620.1—2016《钛及钛合金牌号和化学成分》中对氯元素未作规定。根据上述产品标准、行业实际生产、调研中应用情况的需求，本标准将氯的测定范围确定为 0.010%~0.50%。

(三) 分散剂的改变

通过查阅相关文献及实验室相关工作经验，常用分散剂有丙酮、无水乙醇、乙二醇，针对不加分散剂及三种不同分散剂，进行试验。

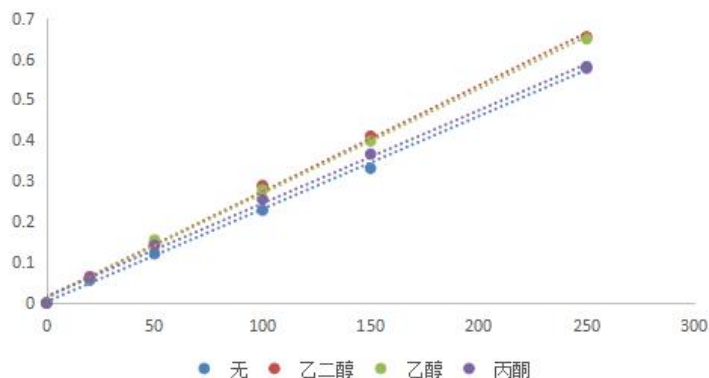
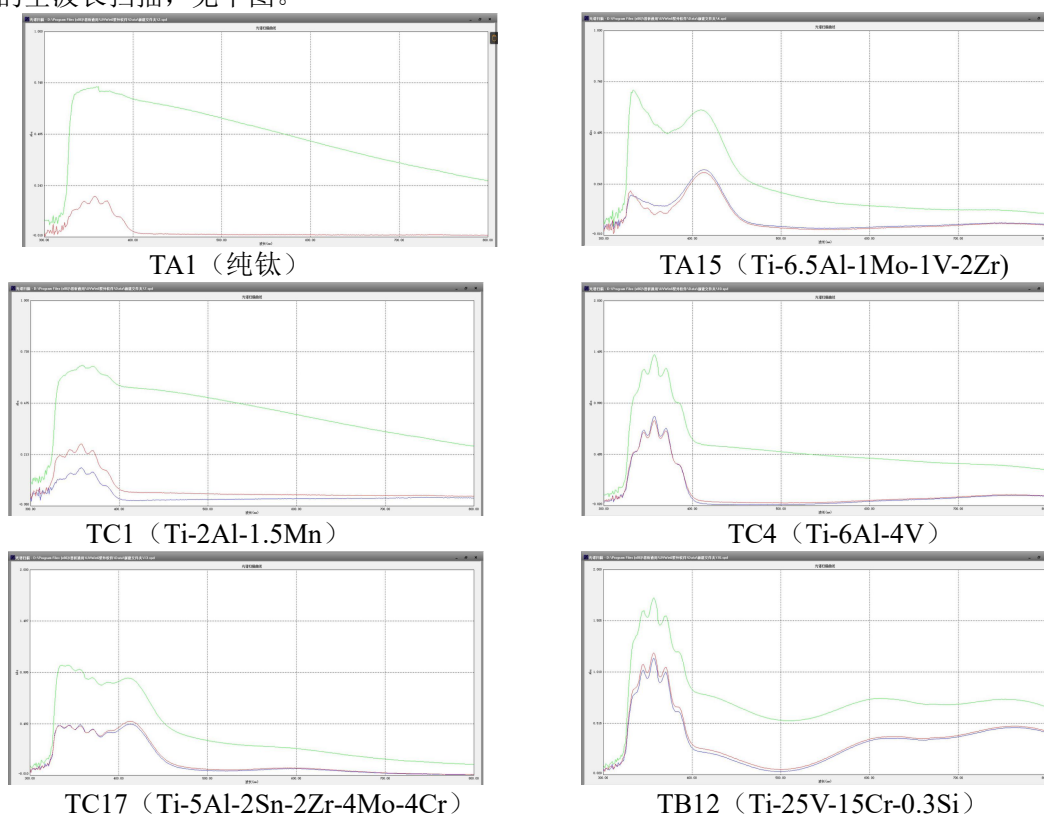


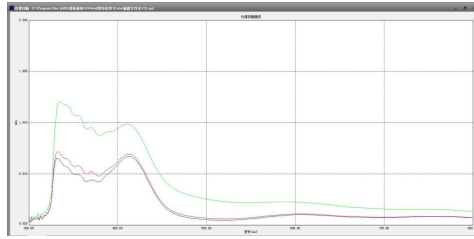
图 1 不同分散剂工作曲线

经实验，以无水乙醇作为分散剂，吸光度值高，工作曲线满足要求。同时考虑环保，减少有机试剂使用。将分散剂有丙酮改为无水乙醇。

(四) 含铬、钒、钼钛合金吸光度影响考察

选取常规钛合金牌号 TA1、TA15、TC1、TC4、TC17、TB12、TB18 称取 0.500 g；按照实验方法分别分取 20.00 mL 于 3 个 50 mL 容量瓶中，分别加入 0 μg 、10 μg 、250 μg 氯标准溶液，进行 300 nm~800 nm 的全波长扫描，见下图。





TB18 (Ti-4Al--5Mo-5V-5Cr-1Nb)

表 1 溶解过程中现象

钛合金牌号	加入 HF 溶解后	加入硝酸后
TA1	溶解完全，溶液清亮	溶液完全清亮
TA15	溶解完全，有沉淀	溶液完全清亮
TC1	溶解完全，溶液清亮	溶液完全清亮
TC4	溶解完全，溶液清亮	溶液完全清亮
TC17	溶解完全，有沉淀	溶液完全清亮
TB12	溶解完全，溶液清亮	溶液完全清亮
TB18	溶解完全，有沉淀	溶液完全清亮

由以上谱图可以看出，当溶液本身吸光度值过高时，加入 10 μg 氯标准溶液后的溶液吸光度基本无法区分。因此，当溶液本身吸光度值高则不能使用本标准进行检测，经过实验，铬元素对检测结果影响明显，因此本标准不适用于含铬元素的钛合金。

(五) 饱和硼酸络合时间

为了研究饱和硼酸络合对吸光度值的影响，称取 0.500 g 纯钛，加入 100 μg 、1250 μg 氯标准溶液，按照不同饱和硼酸络合时间进行测定，结果见表 2。

表 2 分散剂溶液对吸光度的影响

饱和硼酸络合时间 min	20 μg 吸光度 Abs	250 μg 吸光度 Abs	饱和硼酸络合时间 min	20 μg 吸光度 Abs	250 μg 吸光度 Abs
1	0.066	0.686	5	0.068	0.684
10	0.069	0.684	20	0.067	0.689

由表 2 可知，饱和硼酸络合时间对检测结果没有影响。

(六) 分散剂加入量改变

为了研究分散剂加入量溶液对吸光度值的影响，于已含有 20 μg 、250 μg 氯标准溶液的 50 mL 容量瓶中加入不同体积的分散剂溶液，结果见表 1。

表 3 分散剂溶液对吸光度的影响

分散剂溶液加入量 mL	20 μg 吸光度 Abs	250 μg 吸光度 Abs	分散剂溶液加入量 mL	20 μg 吸光度 Abs	250 μg 吸光度 Abs
0	0.059	0.656	2.0	0.068	0.684
0.5	0.062	0.684	2.5	0.068	0.699
1.0	0.065	0.686	3.0	0.065	0.697
1.5	0.068	0.672	4.0	0.067	0.696

分散剂加入量由 1.0 mL 更改为 3.0 mL。

(七) 水浴加热温度的改变

于 50 mL 容量瓶中分别加入 20 μg 、250 μg 氯标准溶液，选择不同水浴温度。

表 4 水浴温度对吸光度值的影响

水浴温度	20 μg 吸光度值	250 μg 吸光度值
20℃	0.046	0.639
40℃	0.061	0.676
65℃	0.066	0.677

考虑冷却时间，与环保节能，将水浴温度有由“65℃±5℃”改为“40℃±5℃”。

(八) 水浴加热时间对吸光度值的影响

向 50 mL 容量瓶中分别加入 20 μg、250 μg 氯标准溶液，选择不同水浴时间进行吸光度值测定。结果见表 5。

表 5 水浴时间对吸光度值的影响

水浴时间	20 μg 吸光度值	250 μg 吸光度值
5min	0.063	0.695
10min	0.063	0.666
15min	0.062	0.656
20min	0.063	0.621

由表 5 可知，水浴时间越长对低含量影响不大，高含量会随着时间变长，吸光度值降低。考虑操作可行性，选择水浴时间为 10 min。

(九) 硝酸银加入量对吸光度值影响

研究硝酸银加入量对吸光度值的影响，于已含有 20 μg、250 μg 氯标准溶液的 50 mL 容量瓶中加入不同体积的硝酸银溶液，结果见表 6。

表 6 硝酸银加入了对吸光度的影响

硝酸银溶液加入量 mL	20 μg 吸光度 Abs	250 μg 吸光度 Abs	硝酸银溶液加入量 mL	20 μg 吸光度 Abs	250 μg 吸光度 Abs
0	0.000	0.000	2.0	0.061	0.658
0.5	0.063	0.651	2.5	0.061	0.672
1.0	0.066	0.653	3.0	0.063	0.654
1.5	0.062	0.676			

由表 6 可知，溶液中随着硝酸银的增加，吸光度值先增加后趋于稳定。在加入了量为 1.5 mL~2.5 mL 吸光度值基本稳定，硝酸银加入量由 1.0 mL 更改为 2.0 mL。

(十) 悬浊液稳定性

研究氯化银悬浊液稳定性对吸光度值的影响。按实验方法，以 20 μg、250 μg 氯标准溶液进行试验，对冷却后溶液吸光度不同放置时间进行测定，结果见表 7。

表 7 冷却后放置时间与悬浊液稳定性试验

放置时间	20 μg 吸光度 Abs	250 μg 吸光度 Abs
0 min	0.063	0.666
10 min	0.065	0.669
20 min	0.066	0.664
30 min	0.065	0.634
40 min	0.066	0.587

由表 7 可知，冷却至室温后低浓度悬浊液稳定性良好，高浓度 20 min 后开始降低，应尽快比色，在 20 min 内完成实验。

（十一）工作曲线和检出限

准确移取 0 mL, 0.20 mL, 0.50 mL, 1.00 mL, 1.50 mL, 2.50 mL 氯标准溶液, 随后按照实验步骤完成。在 420 nm 处进行测量, 其线性方程分别为 $y=0.0026x+0.0133$, 相关系数为 0.9981。方法的测定范围为: 0.010%~0.50%。在同样条件下, 对空白溶液连续测定 11 次, 以 3 倍空白标准偏差为检出限为 0.02 $\mu\text{g/mL}$, 10 倍空白标准偏差为测定下限 0.08 $\mu\text{g/mL}$ 。以 0.50 g 计, 定量下限为 0.004%, 可满足测定要求。

（十二）精密度试验

四、标准中涉及的专利情况

本标准不涉及专利问题。

五、标准预期达到的社会效益等情况

钛及钛合金作为我国重要的战略性基础材料, 钛合金棒丝材、注射成型钛合金、精密钛合金铸件等多种钛合金品类均被列入工信部原函[2023]367号《重点新材料首批次应用示范指导目录(2024年版)》, 其成分检测的准确性直接关系到产品的稳定性和可靠性。氯是海绵钛、钛及钛合金中的杂质元素, 来源较为复杂, 影响因素也较多, 在实际生产中的波动范围也比较大。布氏硬度是材料质量的重要指标, 氯杂质对材料布氏硬度有间接影响, 随着海绵钛、钛及钛合金生产工艺的改进、技术装备水平的提高, 海绵钛、钛及钛合金产品质量得到进一步提升, 对海绵钛、钛及钛合金中氯量的检测提出了更高的要求。氯含量的准确测定是海绵钛级别评价的重要指标。本标准的修订进一步推进检测标准化, 进一步减少行业检测差距, 减少贸易差距, 促进钛产业良性向上发展。

本次修订充分践行了“十五五规划”中促进节能减排, 服务绿色发展的理念, 有助于推动检测技术绿色转型, 服务循环经济发展; 完善升级了国家标准, 保障了国防军工材料的安全; 最后该方法作为仲裁方法, 此次修订为国家质量监管提供了统一的技术依据, 保证了监督的科学性和公正性。

六、采用国际标准和国外先进标准的情况

无。

七、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本文件与有关的现行法律、法规和强制性国家标准没有冲突。
本文件与现行标准及制定中的标准无重复交叉情况。

八、重大分歧意见的处理经过和依据

编制组严格按既定编制原则进行编写, 本文件起草过程中未发生重大的分歧意见。

九、标准性质的建议说明

建议该标准为推荐性国家标准, 供相关组织参考采用。

十、公平竞争审查

经审查, 该标准没有违反《公平竞争审查条例》和《公平竞争审查条例实施办法》, 符合公平竞争要求。

十一、贯彻标准的要求和措施建议

本文件规范了海绵钛、钛及钛合金中氯元素的测定，有利于整个行业分析水平的提升，为海绵钛、钛及钛合金大规模生产及使用提供了质量保证。本文件发布执行后，建议标准主管单位积极向生产厂家及国内外用户推广。

十二、废止现行有关标准的建议

建议废止原标准 GB/T 4698.25—2017《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 25 部分：氯量的测定 氯化银分光光度法》。

十三、其他应予说明的事项

无。

西安汉唐分析检测有限公司编制组

2026 年 1 月