

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法
第 27 部分：合金及杂质元素的测定
电感耦合等离子体原子发射光谱法

编制说明

（预审稿）

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

第 27 部分：合金及杂质元素的测定

电感耦合等离子体原子发射光谱法

编制说明

一、工作简况

1.1 任务来源

根据 2025 年 8 月 6 日《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》（国标委发[2025]43 号）的要求，国家标准《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 27 部分：合金及杂质元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》项目由全国有色金属标准化技术委员会归口，计划编号：20253828-T-610，项目周期为 16 个月，完成年限为 2026 年 12 月。

1.2 制定背景

GB/T 4698 系列分析方法标准自发布实施以来，在海绵钛、钛及钛合金化学成分的检测过程中发挥了无可替代的重要作用，为我国钛及钛合金材料的研发、生产、应用提供了科学的检测手段，但 GB/T 4698 系列分析方法中主要有经典化学分析法，流程相对冗长，步骤相对繁琐，效率相对低下；或是针对某一种元素单独制定了电感耦合等离子体原子发射光谱法（ICP-AES）的测定标准，检测的准确度和效率虽有所提升，但并未完全发挥出该类设备“多元素同时检测”的优势；国内实验室也普遍面临采用 ICP-AES 法对海绵钛、钛及钛合金中合金元素和杂质元素含量同时进行测定，但却没有相对应“多元素同时测定”的国家标准分析方法的问题。因此，在 GB/T4698 系列标准中修订过程中，建立一个 ICP-AES 同时测定钛及钛合金中合金元素和杂质元素含量的检测方法，不仅科学体现了 ICP-AES 法“合金元素和杂质元素含量同时测定”的特点，并且将彻底解决 GB/T 4698 长期没有“电感耦合等离子体原子发射光谱法同时进行合金及杂质元素测定”国家标准分析方法的问题，对于完善 GB/T 4698 系列标准的结构有着重要意义，同时也增加了 GB/T 4698 的实用性，有利于国内实验室检测人员采用该标准进行的实际工作，提高了检测效率。

1.3 主要参加单位和工作成员及其所做的工作

宝钛集团有限公司和宝鸡钛业股份有限公司作为标准主编单位，在标准制定过程中负责对钛产品当前和预期检测的需求进行了调研，并对国内该行业各家检测实验室所采用的检测方法情况进行了全面了解，制定了试验方案，进行了试验样品搜集、试验研究和数据分析统计，完成了标准文稿、研究报告和编制说明的撰写，并广泛征求国内同行实验室及相关企业意见。

西安汉唐分析检测有限公司为第一验证单位，在标准制定过程中负责对标准文稿中确定的每一个参数条件进行验证，并对验证样品进行检测，对试验方案、标准征求意见稿、研究报告和编制说明均提出了修改建议，并配合主编单位进行了前期调研和起草过程中的征求意见工作。

国标（北京）检验认证有限公司、攀钢集团研究院有限公司、宝鸡钛谷新材料检测技术中心有限公司、承德天大钒业有限责任公司、国核锆铀理化检测有限公司、陕西亿创钛锆检测有限公司、新疆湘润新材料科技有限公司作为第二验证单位，按照试验流程对验证样品进行了测定，并对标准文稿和研究报告提出修改建议。主要起草人及工作职责见表 1。

表 1 主要起草人及工作职责

起草人	工作职责
	标准工作的整体协调和推进、标准起草前期调研、试验方案的确定、标准文稿的编写、标准编写材料的收集，研究报告及编制说明的修改。
	标准起草前期调研、试验方案的确定、试验样品的搜集、标准文稿和研究报告及编制说明的修改。
	进行试验方法研究，确定方法的试剂、材料、步骤和条件参数，对试验数据进行统计分析，负责研究报告及编制说明的编写。

制组对钛产品当前和预期相关钛合金中合金及杂质元素的检测需求进行了广泛调研，并对国内钛行业各家检测实验室所采用的检测方法情况进行了全面了解，在 2022 年 12 月~2023 年 3 月期间，各验证单位完成了实验验证，2023 年 4 月底收到八家实验室数据，同时通过引用 GB/T 4698 系列标准中的原数据和本次各家单位验证的数据，计算得出各元素不同含量的重复性限和再现性限，并在 2023 年 5 月中旬完成数据统计，于 2025 年 10 月中旬编写形成了征求意见稿。编制组内部对征求意见稿进行了讨论，其中国标（北京）检验认证有限公司提出应将“钛铝合金”化学成分的检测纳入到该标准中，主起草单位随即对钛铝合金进行了深入了解，了解到钛铝系金属间化合物主要包含 γ -TiAl、Ti₂AlNb 和 Ti₃Al 三种具备工程应用能力的材料，有望替代部分镍基高温合金实现装备减重，已注册的牌号分别为 TD1（Al: 31.2~34.5, Nb: 4.0~5.5, Cr: 2.0~3.5），TD2（Al: 9.5~11.5, Nb: 37.5~42.5, Mo: 0.5~2.0, Zr: 0.5~2.0），TD3（Al: 10.5~13.5, Nb: 26.0~31.0, Mo: 1.5~4.0），TD4（Al: 9.0~11.9, Nb: 39.0~45.0, Mo: 0.5~1.5），对照前期实验，发现 Al 元素测试范围上限应该从 15%扩充到 40%，并且需要对样品溶解方法、工作曲线绘制等条件进行补充研究。

1.3.4 征求意见阶段

2025 年 11 月，将征求意见稿通过有色标准委网站进行意见征求，收到×个单位×条意见。经进一步修改完善，形成了标准讨论稿，于 2025 年 12 月 1 日~4 日，在福建省厦门市召开的标准工作会议上进行了讨论。来自全国的×个单位×名专家，提出了×条修改建议。

主起草单位围绕厦门讨论会提出的意见进行修改完善，于 2026 年 3 月 10 日完成“编制说明”和“标准文稿”的预审稿，其中针对讨论会提出的钛铝合金寻找高铝含量试样，目前已找到 Ti₂AlNb（铝元素约 10%）、TiAl（铝元素约 30%）2 个实际样品，对高铝样品的溶解方法、工作曲线绘制、精密度及准确度再次进行补充实验。同时联合西安汉唐分析检测有限公司、云南国钛金属股份有限公司、西部超导材料科技股份有限公司、宁夏东方钽业股份有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、陕西亿创钛锆检测有限公司等 8 家实验室进行数据验证，Al 元素含量范围计划需从 15%扩充到 40%，目前补充试验已完成，验证单位正在进行验证实验过程中。

1.3.5 审查阶段

1.3.6 报批阶段

二、标准编制原则

2.1 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。

2.2 先进性：标准制定过程中参阅了大量文献资料，充分借鉴了国内外相关标准 GB/T 4698《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法》系列方法、ASTM E2371-21a《钛及钛合金化学分析方法 直流电弧和电感耦合等离子体原子发射光谱法》、YS/T 1262-2018《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 多元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》中的先进思路和方法，涉及的内容、技术水平不低于当前国际先进水平。

2.3 适用性：本文件中采用电感耦合等离子体原子发射光谱法对海绵钛、钛及钛合金中合金及杂质元素含量进行测定，国内实验室普遍具备此设备能力；经过调研，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海绵钛、钛及钛合金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。

2.4 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

3.1 分析方法的确定

本标准采用电感耦合等离子体发射光谱法进行测定钛及钛合金中合金及杂质元素含量。

3.2 元素测定范围确定

制定钛及钛合金中合金及杂质元素测定范围时，结合现行 GB/T 4698 系列中 ICP 光谱法各元素测定范围及 YS/T 1262-2018 各元素测定范围（YS/T1262-2018 行业标准均已涵盖 ASTM E2371-21a 元素种类及范围）见表 2，在满足标准分析方法测定范围的同时，同时依据 GB/T 3620.1-2016《钛及钛合金牌号和化学

成分》，GB/T 2524-2019《海绵钛》中各元素含量范围要求以及材料的实际检测需求，对 GB/T4698 系列标准中 Fe、Mn、Mo、Sn、Cr、V、Zr、Pd、Ni、Nd、Ru 元素检测范围进行拓展，与现行 YS/T1262 检测范围保持一致，完全满足现有及预期检测要求；考虑到新研制高铝高铌钛合金材料的实际检测需求，Al 元素测试范围上限从 15% 扩展到 40%，Nb 元素测试范围上限从 15% 扩展到 50%，增加 Er 元素分析检测范围。最终确定出本标准 26 种元素的测定范围，具体见表 3。

表 2 GB/T 4698 系列标准元素检测范围及 YS/T 1262-2018 标准元素检测范围

GB/T 4698 系列标准元素检测范围				YS/T 1262-2018 标准元素检测范围 (24 种元素)			
元素	方法测定范围/%	元素	方法测定范围/%	元素	方法测定范围/%	元素	方法测定范围/%
Fe	0.01~3.0	Nb	0.10~16.00	Al	0.005~15.00	Ni	0.001~2.00
Mn	0.005~3.00	Pd	0.02~0.30	B	0.0010~0.20	Pb	0.010~0.20
Mo	0.10~16.00	Ni	0.010~2.00	Bi	0.010~0.20	Pd	0.005~0.50
Al	0.010-8.50	Nd	0.10~3.00	Co	0.005~0.20	Ru	0.005~0.50
Sn	0.05~12.00	Ru	0.05~0.50	Cr	0.005~20.00	Si	0.010~1.00
Cr	0.010~15.00	Ta	0.005~2.50	Cu	0.005~5.00	Sn	0.010~12.00
V	0.010~15.00	W	0.005~2.50	Fe	0.005~5.00	Ta	0.005~2.00
Zr	0.010~15.00	/	/	Hf	0.005~2.00	V	0.005~30.00
/	/	/	/	Mg	0.001~0.20	W	0.005~2.00
/	/	/	/	Mn	0.001~3.00	Y	0.0005~0.20
/	/	/	/	Mo	0.005~35.00	Zn	0.001~0.20
/	/	/	/	Al	0.005~15.00	Ni	0.001~2.00
/	/	/	/	B	0.0010~0.20	Pb	0.010~0.20

表 3 最终确认各元素的测定范围

元素	测定范围%	元素	测定范围%
Al	0.005~40.00	Nd	0.010~3.00
B	0.0010~0.20	Ni	0.001~2.00
Bi	0.010~0.20	Pb	0.010~0.20
Co	0.005~0.20	Pd	0.005~0.50
Cr	0.005~20.00	Ru	0.005~0.50
Cu	0.005~5.00	Si	0.010~1.00
Fe	0.005~5.00	Sn	0.010~12.00
Er	0.005~0.20	Ta	0.005~2.50
Hf	0.005~2.00	V	0.005~30.00
Mg	0.001~0.20	W	0.005~2.50
Mn	0.001~3.00	Y	0.0005~0.20
Mo	0.005~35.00	Zn	0.001~0.20
Nb	0.005~50.00	Zr	0.005~15.00

3.3 试样溶解试验

3.3.1 试样溶解方式的选择试验

现行 GB/T 4698 系列标准中 ICP 光谱法、YS/T1262-2018 及 ASTM E2371-21a 中针对钛及钛合金样品的溶解方式有硫酸-硝酸、氢氟酸-硝酸和盐酸-氢氟酸-硝酸 3 种溶解方式，本次实验中有代表性的选择了牌号为 TA5、TA12、TA13、TA32、TB7 (Ti-32Mo)、TB14、TC31、TA27、TiAl 类 9 种钛合金的屑状样品，分别在上述氢氟酸-硝酸、盐酸-氢氟酸-硝酸及硫酸-硝酸溶解方式下进行溶解，溶解情况见表 4~6。

表 4 氢氟酸-硝酸的溶解试验

溶解方式	牌号	试样量	实验过程及现象
氢氟酸-硝酸	TA5	0.10g	试样置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL~10mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下迅速溶解完全，滴加 2mL 硝酸（2.2.3）使溶液颜色褪去，呈溶液清澈透亮状。
		0.50g	试样置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL~10mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下迅速反应，待反应停止，滴加 2mL 硝酸（2.2.3），若有部分样品未溶解，70℃低温加热，样品继续溶解，约 5min 样品溶解完全，且溶液呈清澈透亮状。
	TA12	0.10g	试样置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL~10mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下缓慢反应，滴加 2mL 硝酸（2.2.3），直至溶解反应停止约需 10min，但样品底部出现白色凝胶状沉淀，样品最终未完全溶解。
		0.50g	试样置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL~10mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下缓慢反应，滴加 2mL 硝酸（2.2.3），直至溶解反应停止约需 15min，但样品底部出现白色凝胶状沉淀，样品最终未完全溶解。
	TA13	0.10g	试样置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL~10mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下迅速溶解完全，滴加 2mL 硝酸（2.2.3）使溶液紫色褪去，呈溶液清澈透亮状。
		0.50g	试样置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL~10mL 水，分次加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下迅速溶解完全，滴加 2mL 滴硝酸（2.2.3）使溶液颜色褪去，呈清澈透亮状。
	TA32	0.10g	试样置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL~10mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下迅速溶解完全，滴加 2mL 硝酸（2.2.3）使溶液颜色褪去，呈溶液清澈透亮状。
		0.50g	试样置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL~10mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下迅速反应，待反应停止，滴加 2mL 硝酸（2.2.3），若有部分样品未溶解，70℃低温加热，样品继续溶解，约 5min 样品溶解完全，且溶液呈清澈透亮状。
	TC31	0.10g	试样置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL~10mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下迅速溶解完全，滴加 2mL 硝酸（2.2.3）使溶液颜色褪去，呈溶液清澈透亮状。
		0.50g	试样置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL~10mL 水，分次加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下迅速反应，待反应停止，滴加 2mL 硝酸（2.2.3），若有部分样品未溶解，70℃低温加热，样品继续溶解，约 5min 样品溶解完全，且溶液呈清澈透亮状。
	TB7	0.10g	试样置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL~10mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），在室温下几乎不反应，再加入 2mL 硝酸（2.2.3），有反应现象，但溶解速度很慢，150℃加热，溶解速度迅速提升，至溶解反应停止约 10min，但样品底部出现不溶棕色颗粒物，样品未完全溶解；若只加入 2mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），在室温下几乎不反应，再加入 2mL 硝酸（2.2.3），样品与无机酸迅速反应，但至溶解反应停止，溶液底部出现不溶棕色颗粒物，样品最终未完全溶解。
		0.50g	试样置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL~10mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下几乎不反应，再加入 2mL 硝酸（2.2.3），有反应现象，但溶解速度很慢，150℃加热，溶解速度迅速提升，直至溶解反应停止约需 10min，但样品底部出现不溶棕色颗粒物，样品最终未完全溶解。
	TB14	0.10g	试样置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL~10mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下几乎不反应，再加入 2mL 硝酸（2.2.3），依然几乎不反应，150℃加热，开始反应，至样品溶解完全约 20min；若只加入 2mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下几乎不反应，再加入 2mL 硝酸（2.2.3），反应迅速，约 10min 样品完全溶解。
		0.50g	试样置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL~10mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下几乎不反应，再加入 2mL 硝酸（2.2.3），依然几乎不反应，150℃加热，溶解反应开始，直至样品溶解完全约 20min。

	TA27	0.10g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL~10mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），在室温下缓慢反应，再加入 2mL 硝酸（2.2.3），溶解速度很慢，150℃加热，溶解速度迅速提升，至溶解反应停止约 10min，但样品底部出现不溶棕色颗粒物，样品未完全溶解；若只加入 2mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），在室温下几乎不反应，再加入 2mL 硝酸（2.2.3），样品与无机酸迅速反应，但至溶解反应停止，溶液底部出现不溶棕色颗粒物，样品最终未完全溶解。
		0.50g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5mL~10mL 水，加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下缓慢反应，再加入 2mL 硝酸（2.2.3），溶解速度很慢，150℃加热，溶解速度迅速提升，直至溶解反应停止约需 10min，但样品底部出现不溶棕色颗粒物，样品最终未完全溶解。
	TiAl	0.10 g	将试样置于 100ml 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5ml 水，加入 2ml 氢氟酸，加入 1ml 硝酸。在室温条件下可迅速将样品完全溶解，并伴有少量白色烟雾产生，完全溶解时间大约 3min20s 左右，加入硝酸后的溶液灰绿色褪去，呈现清澈透亮状。

表 5 盐酸-氢氟酸-硝酸的溶解试验

溶解方式	牌号	试料量	实验过程及现象
盐酸-氢氟酸-硝酸	TA5	0.10g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10mL~30mL 盐酸（2.2.4）（1+1），分次加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下迅速溶解完全，滴加 2mL 硝酸（2.2.3）使溶液颜色褪去，呈清澈透亮状。
		0.50g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10mL~30mL 盐酸（2.2.4）（1+1），分次加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下迅速溶解完全，滴加 2mL 硝酸（2.2.3）使溶液颜色褪去，呈清澈透亮状。
	TA12	0.10g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入加入 10mL~30mL 盐酸（2.2.4）（1+1），分次加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下缓慢反应，滴加 2mL 硝酸（2.2.3），直至溶解反应停止约需 10min，但样品底部出现白色凝胶状沉淀，样品最终未完全溶解。
		0.50g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入加入 10mL~30mL 盐酸（2.2.4）（1+1），分次加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下缓慢反应，滴加 2mL 硝酸（2.2.3），直至溶解反应停止约需 15min，但样品底部出现白色凝胶状沉淀，样品最终未完全溶解。
	TA13	0.10g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10mL~30mL 盐酸（2.2.4），分次加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下迅速溶解完全，滴加 2mL 硝酸（2.2.3）使溶液颜色褪去，呈清澈透亮状。
		0.50g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10mL~30mL 盐酸（2.2.4），分次加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下迅速溶解完全，滴加 2mL 硝酸（2.2.3）使溶液颜色褪去，呈清澈透亮状。
	TA32	0.10g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10mL~30mL 盐酸（2.2.4），分次加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下迅速溶解完全，滴加 2mL 硝酸（2.2.3）使溶液颜色褪去，呈清澈透亮状。
	TA32	0.50g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10mL~30mL 盐酸（2.2.4），分次加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下样品与氢氟酸（2.2.2）迅速反应，待反应停止，滴加 2mL 硝酸（2.2.3），若有部分样品未溶解，70℃低温加热，样品继续溶解，约 5min 样品溶解完全，且溶液呈清澈透亮状。
	TC31	0.10g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10mL~30mL 盐酸（2.2.4），分次加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下迅速溶解完全，滴加 2mL 硝酸（2.2.3）使溶液颜色褪去，呈清澈透亮状。
		0.50g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10mL~30mL 盐酸（2.2.4），分次加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下样品与氢氟酸（2.2.2）迅速反应，待反应停止，滴加 2mL 硝酸（2.2.3），若有部分样品未溶解，70℃低温加热，样品继续溶解，约 5min 样品溶解完全，且溶液呈清澈透亮状。

TB7	0.10g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，预先加入 10mL~30mL 盐酸（2.2.4），加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），在室温条件下样品与无机酸迅速反应，约 20min 样品溶解完全，加入 2mL 硝酸（2.2.3），溶液颜色褪去，呈清澈透亮状。
	0.50g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10mL~30mL 盐酸（2.2.4），加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下迅速反应，待反应停止，滴加 2mL 硝酸（2.2.3），若有部分样品未溶解，150℃低温加热，样品继续溶解，约 5min 溶解完全，且溶液呈清澈透亮状。
TB14	0.10g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10mL~30mL 盐酸（2.2.4），加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下几乎不反应，加入 2mL 硝酸（2.2.3），反应非常缓慢，150℃加热，约需 20min 样品溶解完全，且溶液呈清澈透亮状。
	0.50g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10mL~30mL 盐酸（2.2.4），加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下几乎不反应，加入 2mL 硝酸（2.2.3），反应非常缓慢，150℃加热，约需 20min 样品溶解完全，且溶液呈清澈透亮状。
TA27	0.10g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10mL~30mL 盐酸（2.2.4），分次加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下迅速溶解完全，滴加 2mL 硝酸（2.2.3）使溶液颜色褪去，呈清澈透亮状。
	0.50g	试料置于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10mL~30mL 盐酸（2.2.4），分次加入 2mL 氢氟酸（2.2.2），室温下样品与氢氟酸（2.2.2）迅速反应，待反应停止，滴加 2mL 硝酸（2.2.3），若有部分样品未溶解，70℃低温加热，样品继续溶解，约 5min 样品溶解完全，且溶液呈清澈透亮状。
TiAl	0.10g	将试样置于 100ml 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10ml 盐酸，加入 2ml 氢氟酸。在室温条件下，样品加入盐酸后不溶解，加入氢氟酸后部分溶解，产生绵密小气泡，反应发生至 10min20s 左右时，溶液不再产生气泡，加入 2ml 硝酸且反应 30s 后观察溶液，发现溶液已经呈清澈透亮状，但底部有部分残余渣状样品。180℃加热 50s 左右后，样品完全溶解，溶液还是呈清澈透亮状。继续加热 10s 左右，溶液转变为黄褐色，溶液表面出现油滴状气泡。

表 6 硫酸-硝酸的溶解试验

溶解方式	牌号	试料量	实验过程及现象
硫酸-硝酸	TA12	0.10g	试料置于 250mL 烧杯中，加入 10mL 硫酸（2.2.6），在 290~320℃加热条件下溶解，样品迅速反应，反应约 15min，反应基本停止，滴加 1mL 硝酸（2.2.3），溶液紫色消失，且溶液呈清澈透亮状。
		0.50g	试料置于 250mL 烧杯中，加入 20mL 硫酸（2.2.6），在 290~320℃加热条件下溶解，样品迅速反应，反应约 20min，反应基本停止，滴加 1mL 硝酸（2.2.3），溶液紫色消失，且溶液呈清澈透亮状。
	TiAl	0.10g	将试样置于 250mL 烧杯中，加入 10ml 1:1 硫酸（2.2.6），放置在 330℃加热台上加热，溶液开始溶解，慢慢沸腾，逐渐变成深紫色液体；此时样品完全溶解，完全溶解时间大约 6min40s 左右，滴加硝酸（2.2.3）后约 20s，溶液紫色消失，呈现清澈透亮状。

通过上述溶解试验可看出，氢氟酸-硝酸溶解方式可以对绝大部分钛合金进行溶解，但溶解 TB7（高钼）、TA27（含钎）钛合金时，最终溶液底部会出现棕色不溶物，TA12（含钽）钛合金出现白色凝胶状沉淀，不适合该牌号钛合金的溶解。盐酸-氢氟酸-硝酸溶解方式可以对目前除 TA12 以外的所有牌号的钛合金进行溶解。但对于待测元素含硅或硼时，加热温度不宜过高，且反应体系体积不宜过小，反应程度不宜剧烈，以防 SiF₄ 或 BF₃ 挥发损失；同时使用氢氟酸，则要求 ICP-AES 必须具有耐氢氟酸系统。在实际工作中，每种溶解方式下的试剂浓度、加入量及加入比例均可根据实际需要确定。当被测元素中含有钪、钇、铈等稀土元素时，如采用加入氢氟酸溶解，理论上会生成氟化稀土沉淀，导致测定结果偏低且结果不稳定。但 ASTM E2371-21a 标准中 Y 含量的定量范围上限到 0.0040%，适用于氢氟酸+硝酸及盐酸+氢氟酸+硝酸两种方式溶解，同时为满足企业内部标准 Y 含量不大于 0.0050% 的要求，方法验证也将上限扩展至 0.0050%，证实 Y 元素在此范围内检测结果是稳定有效的，因此针对 Y 元素含量不大于 0.0050% 可以采用加入氢氟酸

方式溶解，0.0050%以上含量采用硫酸+硝酸方式溶解。由表 6 溶解试验现象得出硫酸-硝酸溶解方式可以对实际样品 TA12 (含 Nd1%) 能够进行完全溶解，故，当钇含量在(0.0005%-0.0050%)可以采用加氢氟酸方式溶解，对于含钇、钆 (>0.0050%-0.20%)、钇元素的样品不能使用含氢氟酸的溶解方式，应采用硫酸-硝酸溶解方式。

3.3.2 硫酸-硝酸和盐酸-氢氟酸-硝酸溶解方式下硅、硼测定结果比较

样品溶解过程中，若使用了氢氟酸，则样品中的硅和硼可能会转化成 SiF_4 和 BF_3 ，虽然 SiF_4 和 BF_3 均溶于水，但由于 SiF_4 和 BF_3 的沸点分别为 -65°C 和 -100°C ，溶解过程中 SiF_4 和 BF_3 有挥发损失的潜在风险，造成硅和硼的测定结果偏低。因此，根据实验思路，选择 TA5 和 TC31 两个牌号的钛合金，分别各称取 11 份试样，TA5 试料量为 0.50g，TC31 试料量为 0.10g (均精确至 0.1mg)，分别采用硫酸-硝酸和盐酸-氢氟酸-硝酸溶解方式按照表 4~6 中对应的溶解方法进行溶解，稀释至 100mL，对 TA5 中的硼和 TC31 中的硅元素进行测定，表 7 中硼元素工作曲线的校准点为 0、0.0020%、0.0050%、0.010%；硅元素工作曲线校准点为 0、0.10%、0.20%、0.30%，工作曲线均进行了基体匹配，结果见表 7。

表 7 硫酸-硝酸和盐酸-氢氟酸-硝酸溶解方式下硅、硼测定结果

牌号	元素	溶解方式	测定结果			加标回收		
			测定结果/% (n=11)	平均/%	RSD/%	加入量/%	测得值/%	回收率/%
TA5	B	硫酸-硝酸	0.00470、0.00468、0.00511、0.00507、0.00522、0.00483、0.00481、0.00531、0.00487、0.00492、0.00459	0.0049	4.72	0.0050	0.0101	104.00
		盐酸-氢氟酸-硝酸	0.00494、0.00518、0.00516、0.00511、0.00505、0.00514、0.00512、0.00499、0.00501、0.00489、0.00497	0.0051	1.93	0.0050	0.0102	102.00
TC31	Si	硫酸-硝酸	0.123、0.126、0.139、0.122、0.117、0.137、0.127、0.126、0.131、0.144、0.121	0.13	6.54	0.20	0.277	73.50
		盐酸-氢氟酸-硝酸	0.168、0.177、0.174、0.174、0.177、0.175、0.177、0.171、0.176、0.175、0.172	0.17	1.64	0.20	0.376	104.00

通过表 7 可看出，两种溶解方式下，硼元素的测定结果一致，加标回收率也均非常接近 100%，说明两种溶解方式下均可实现对硼元素的准确测定，但相对来讲，硫酸-硝酸溶解方式下测定结果的 RSD% 偏大，这可能是由于硫酸粘度较大，对样品提升量影响较大，再加之实际操作过程中很容易造成样品溶液及校准溶液中硫酸含量的不一致，所以导致测定结果的 RSD% 偏大。两种溶解方式下，硅元素的测定结果偏差较大，且硫酸-硝酸溶解方式下硅元素的加标回收率只有 73.50%，而盐酸-氢氟酸-硝酸溶解方式下硅元素的加标回收率为 104%，说明采用硫酸-硝酸溶解方式无法对硅元素进行准确测定，采用盐酸-氢氟酸-硝酸溶解方式可以对硅元素进行准确测定；同时也可看出，硫酸-硝酸溶解方式下硅元素测定结果的 RSD% 较大；这均是由于硫酸对样品进行溶解的过程中，硅元素会水解、脱水而转化成不溶于硫酸的物质，而水解、脱水的程度无法一致，导致数据偏差较大。

3.3.3 确定的三种样品溶解方式

针对上述 3.3.1 及 3.3.2 钛合金样品溶解现象确定以下三种钛合金样品溶解方式：

3.3.3.1 此溶解方法适用于钛及钛合金中铝、硼、铍、钴、铬、铜、铁、钪、钎、镁、锰、钼、铌、镍、铅、钶、硅、锡、钽、钒、钨、钇、锌、锆、钇(0.0005%~0.0050%)含量的测定。将试料置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 5 mL~10 mL 水，加入 2 mL 氢氟酸，待溶解反应停止，滴加 2 mL 硝酸至试料溶解完全且溶液清亮；若部分试料溶解不完全，可以采用低温加热的方式使试料溶解完全；当待测元素包括硼和硅时，加热温度不宜过高，一般不超过 ($\leq 70^\circ\text{C}$) 溶解；冷却，移入 100 mL 聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。若以非在线加入方式使用内标，则在最终溶液用水稀释前加入内标溶液。

3.3.3.2 此溶解方法适用于钛及钛合金中钒、TB7(Ti-32Mo)中钼含量的测定。

将试料置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，预先加入 10 mL~15 mL 盐酸，再分次加入 2 mL 氢氟酸，待溶解反应停止，滴加 2 mL 硝酸至试料溶解完全且溶液清亮；若部分试料溶解不完全，可以采用低温加热的方式使试料溶解完全，冷却，移入 100 mL 聚乙烯容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。若以非在线加入方式使用内标，则在最终溶液用水稀释前加入内标溶液。

3.3.3.3 此样品溶解方法仅适用于钛及钛合金中钼、钇 (>0.0050%~0.20%)、钽含量的测定。将试料置于 250 mL 烧杯中，加入 15 mL 硫酸，缓慢加热至试样溶解完全，滴加 1 mL 硝酸至溶液紫色消失，继续加热驱除氮的氧化物，冷却至室温，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。若以非在线加入方式使用内标，则在最终溶液用水稀释前加入内标溶液。

3.4 试样称取量的确定

试验选择合金成分容易出现偏析的钛合金牌号 TA10、TC1、TC18，每种牌号分称取 0.1000g 和 0.5000g 试样各 7 份，各加入 10 mL~15 mL 盐酸、2mL 氢氟酸和 2mL 硝酸至试料溶解完全且溶液清亮，分别稀释至 100mL、500mL。针对 TA10 试液中的 Mo、Ni 元素，TC1 试液中 Al、Mn 元素，TC18 中 Al、Mo、V、Cr、Fe 元素，在 ICP-AES 上分别测定其强度值，计算和比较不同称样量下每种钛合金的 7 份样品中各元素强度值相对标准偏差 (RSD%)，见表 8。

表 8 不同称样量下各钛合金中元素强度值

牌号	元素	强度值/cps		相对标准偏差/%	
		0.1000g	0.5000g	0.1g	0.5g
TA10	Mo	924.7, 925.8, 931.7, 923.7, 918.3, 931.9, 923.0	926.3, 924.1, 925.8, 928.1, 922.3, 928.7, 939.9	0.52	0.62
	Ni	3307.9, 3302.0, 3292.9, 3272.7, 3244.2, 3304.7, 3251.6	3352.9, 3386.2, 3291.5, 3344.7, 3386.7, 3333.5, 3365.2	0.80	0.99
TC1	Al	65171.5, 65191.3, 65216.0, 65604.6, 65846.1, 65496.7, 65533.8	65615.2, 65822.0, 65644.0, 65752.3, 65388.0, 65661.0, 65550.6	0.39	0.21
	Mn	322513.7, 317370.9, 315675.6, 316383.9, 323685.2, 317755.3, 316938.6	320057.8, 322390.4, 326524.5, 319734.9, 322829.6, 326922.7, 316922.6	0.99	1.13
TC18	Al	206602.4, 206406.0, 206243.1, 205780.6, 205898.3, 206671.5, 205477.7	209785.7, 209221.3, 208138.8, 208649.6, 209938.6, 209339.3, 210002.6	0.22	0.33
	Mo	16558.2, 16505.6, 16670.1, 16481.4, 16390.0, 16751.7, 16451.5	16886.7, 16797.9, 16858.8, 16900.6, 16764.0, 16917.6, 16885.5	0.77	0.34
	V	142004.5, 141426.9, 141492.3, 141294.2, 140736.6, 143042.8, 140918.6	143552.1, 142769.3, 144149.1, 143377.9, 142554.1, 143939.4, 143229.4	0.55	0.40
TC18	Cr	12609.2, 12585.6, 12518.4, 12570.8, 12533.6, 12690.8, 12548.6	12800.4, 12692.5, 12816.2, 12717.0, 12681.3, 12784.6, 12735.8	0.46	0.42
	Fe	46277.0, 46023.6, 45270.4, 45946.6, 45801.4, 46402.1, 45769.4	46723.6, 46510.5, 46969.4, 46673.4, 46304.8, 46848.1, 46607.6	0.81	0.47

通过表 8 可看出，在 0.1000g、0.5000g 不同称样量条件下，TA10、TC1、TC18 三种钛合金的 7 份样品中各元素强度值的相对标准偏差基本一致，并未出现随试样量的增大各元素相对标准偏差减小的趋势，说明在样品本身均匀性可以保证的前提下，0.10g 或 0.50g 称样量均可以保证其代表性。故，本次实验确定称样量为 0.10g，精确至 0.1 mg。

3.5 分析谱线的选择

电感耦合等离子体发射光谱仪，具备耐氢氟酸进样系统。推荐分析谱线见表 9。

表 9 各元素分析谱线

元素	分析谱线/nm	可能的干扰元素	元素	分析谱线/nm	可能的干扰元素
Al	394.40	Nb	Nb	309.41	V
	396.15	Mo Zr Nb		292.78	Ti
B	249.77	Fe Ta	Nd	410.95	—
Bi	190.17	W	Pb	217.00	Nb Mo V
Co	230.78	Mo Ni W		220.35	Nb
	238.89	Fe Ta	Pd	340.45	Zr
Cr	267.71	—	Ru	240.27	Fe Nb
	283.56	Ti V Fe	Si	251.61	Mo W
Cu	213.59	Mo		288.16	Ta W
	224.70	Nb Mo		185.07	—
	324.75	Nb Mo	Sn	189.92	Ti
	327.39	Nb Mo		242.17	Mo
Er	369.27	—		242.94	Fe
Fe	238.20	Ru	Ta	240.06	—
	259.94	Nb	V	292.40	—
Hf	232.24	Mo		309.31	Al
	277.33	Nb		310.23	—
Mg	280.27	Ti V	W	207.91	—
	279.55	Ti W	Y	360.07	—
Mn	257.61	Nb	Zn	202.54	Nb
	260.56	Mo		213.85	Ni
Mo	202.03	—	Zr	339.20	Mo
Ni	231.60	Ta		343.82	—
Nb	269.70	V Mo	—	—	—

3.6 标准溶液的配制

3.6.1 标准溶液配制的工作曲线溶液

3.6.1.1 待测元素质量分数为 0.0005%~0.20%

称取一系列与试料中含钛量相当的钛基体于一组 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，当合金成分影响待测元素测定结果，则在钛基体里加入与试料合金成分质量相当的标准溶液进行完全合金匹配，并进行溶解，冷却，转入 100 mL 聚乙烯容量瓶中，按照表 10 加入待测元素标准溶液，用水稀释至刻度，混匀。

表 10 待测元素校准点

元素	质量分数/%	加入的 标准溶液浓度	加入标准溶液的体积/mL						
			1	2	3	4	5	6	7
Y	0.0005~0.0050	10 μg/mL	0	0.05	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50
B、Mg、Mn、Ni、 Zn	0.0010~0.20	10 μg/mL	0	0.10	0.50	1.00	5.00	10.00	20.00
Al、Cu、Co、Cr、 Fe、Hf、Mo	0.0050~0.20	100 μg/mL	0	—	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00
Nb、Pd、Ru、Ta、 V、W、Zr	0.0050~0.20	100 μg/mL	0	—	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00
Bi、Pb、Si、Sn	0.010~0.20	100 μg/mL	0	—	0.10	0.30	0.50	1.00	2.00

当 0.10g 试样的测定下限不能满足产品标准所要求的控制限时，称取一系列与 0.50g 样品中含钛量相当的钛基体于一组 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，当合金成分影响待测元素测定结果，则在钛基体里加入与试料合金成分质量相当的标准溶液进行完全合金匹配，并进行溶解，冷却，转入 100 mL 聚乙烯容量瓶中，按照表 11 加入待测元素标准溶液，用水稀释至刻度，混匀。

表 11 待测元素校准点

元素	质量分数/%	加入的 标准溶液浓度	加入标准溶液的体积/mL						
			1	2	3	4	5	6	7
Y	0.0005~0.0050	10 μg/mL	0	0.25	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50
B、Mg、Mn、Ni、 Zn	0.0010~0.20	100 μg/mL	0	0.05	0.25	0.50	2.50	5.00	10.00
Al、Cu、Co、Cr、 Fe、Hf、Mo	0.0050~0.20	100 μg/mL	0	—	0.25	0.50	2.50	5.00	10.00
Nb、Pd、Ru、Ta、 V、W、Zr	0.0050~0.20	100 μg/mL	0	—	0.25	0.50	2.50	5.00	10.00
Bi、Pb、Si、Sn	0.010~0.20	100 μg/mL	0	—	0.50	1.50	2.50	5.00	10.00

3.6.1.2 待测元素质量分数为大于 0.20%~5.00%

称取一系列与试料中含钛量相当的钛基体于一组 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，当合金成分影响待测元素测定结果，则在钛基体里加入与试料合金成分质量相当的标准溶液进行完全合金匹配，并按照 3.3.3 步骤进行溶解，冷却，转入 100 mL 聚乙烯容量瓶中，按照表 12 加入待测元素标准溶液，用水稀释至刻度，混匀。

表 12 待测元素校准点

元素	质量分数/%	加入标准溶液 的浓度	加入标准溶液的体积/mL					
			1	2	3	4	5	6
Al	>0.20~5.00	1mg/mL	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00
Cr	>0.20~5.00	1mg/mL	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00
Cu	>0.20~5.00	1mg/mL	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00
Fe	>0.20~5.00	1mg/mL	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00
Hf	>0.20~2.00	1mg/mL	0	0.20	0.50	1.00	1.50	2.00
Mn	>0.20~3.00	1mg/mL	0	0.20	0.50	1.00	2.00	3.00
Mo	>0.20~5.00	1mg/mL	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00
Nb	>0.20~5.00	1mg/mL	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00
Ni	>0.20~2.00	1mg/mL	0	0.20	0.50	1.00	1.50	2.00
Pd	>0.20~0.50	1mg/mL	0	0.20	0.25	0.30	0.40	0.50
Ru	>0.20~0.50	1mg/mL	0	0.20	0.25	0.30	0.40	0.50
Si	>0.20~1.00	1mg/mL	0	0.20	0.40	0.60	0.80	1.00
Sn	>0.20~5.00	1mg/mL	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00
Ta	>0.20~2.50	1mg/mL	0	0.20	0.50	1.00	2.00	2.50
V	>0.20~5.00	1mg/mL	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00

W	>0.20~2.50	1mg/mL	0	0.20	0.50	1.00	2.00	2.50
Zr	>0.20~5.00	1mg/mL	0	0.20	0.50	1.00	3.00	5.00

3.6.1.3 待测元素质量分数为大于 5.00%~50.00%

称取一系列与试料中含钛量相当的钛基体于一组 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中，当合金成分影响待测元素测定结果，则在钛基体里加入与试料合金成分质量相当的标准溶液进行完全合金匹配，并按照 3.3.3 步骤进行溶解，冷却，转入 100 mL 聚乙烯容量瓶中，按照表 13 加入待测元素标准溶液，用水稀释至刻度，混匀。

表 13 待测元素校准点

元素	质量分数/%	加入标准溶液的浓度	加入标准溶液的体积/mL						
			1	2	3	4	5	6	7
Al	>5.00~40.00	10mg/mL	0	0.50	1.00	1.50	2.00	3.00	4.00
Cr	>5.00~20.00	10mg/mL	0	0.50	0.70	0.90	1.00	1.50	2.00
Mo	>5.00~35.00	10mg/mL	0	0.50	1.00	1.50	2.00	3.00	3.50
Nb	>5.00~50.00	10mg/mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00
Sn	>5.00~12.00	1mg/mL	0	5.00	7.00	9.00	10.00	11.00	12.00
V	>5.00~30.00	10mg/mL	0	0.50	1.00	1.50	2.00	2.50	3.00
Zr	>5.00~15.00	10mg/mL	0	0.50	0.70	0.90	1.10	1.30	1.50

3.6.1.4 钇、铒、钕元素元素质量分数为 0.0050%~0.20%

称取一系列与试料中含钛量相当的钛基体于一组 250 mL 烧杯中，当合金成分影响待测元素测定结果，则在钛基体里加入与试料合金成分质量相当的标准溶液进行完全合金匹配，按照 3.3.3.3 步骤进行溶解，冷却，转入 100 mL 容量瓶中，按照表 14 加入待测元素标准溶液，用水稀释至刻度，混匀。

表 14 待测元素校准点

元素	质量分数/%	加入标准溶液的浓度	加入标准溶液的体积/mL					
			1	2	3	4	5	6
Y	>0.0050~0.20	100 μg/mL	0	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00
Er	0.0050~0.20	100 μg/mL	0	0.05	0.10	0.50	1.00	2.00
Nd	0.010~0.20	100 μg/mL	0	0.10	0.30	0.50	1.00	2.00

当 0.10g 试样的测定下限不能满足产品标准所要求的控制限时，称取一系列与 0.50g 样品中含钛量相当的钛基体于一组 250 mL 烧杯中，当合金成分影响待测元素测定结果，则在钛基体里加入与试料合金成分质量相当的标准溶液进行完全合金匹配，并按照 3.3.3.3 步骤进行溶解，冷却，转入 100 mL 容量瓶中，按照表 15 加入待测元素标准溶液，用水稀释至刻度，混匀。

表 15 待测元素校准点

元素	质量分数/%	加入标准溶液的浓度	加入标准溶液的体积/mL					
			1	2	3	4	5	6
Y	>0.0050~0.20	100 μg/mL	0	0.25	0.50	2.50	5.00	10.00
Er	0.0050~0.20	100 μg/mL	0	0.25	0.50	2.50	5.00	10.00
Nd	0.010~0.20	100 μg/mL	0	0.50	1.50	2.50	5.00	10.00

3.6.1.5 钽元素元素质量分数为大于 0.20%~3.00%

称取一系列与试料中含钛量相当的钛基体于一组 250 mL 烧杯中，按照 3.3.3.3 步骤进行溶解，冷却，转入 100 mL 容量瓶中，分别加入 0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、2.50 mL、3.00 mL 钽标准贮存溶液（1mg/mL），用水稀释至刻度，混匀。

3.6.2 实物标准样品制备的工作曲线溶液

也可以采用与试料基体一致、待测元素质量分数呈梯度变化的一系列实物标准样品，称取与试料相当的量，随同试料制备实物标准样品系列溶液。

3.7 定量下限测定试验

称取 0.10g 金属钛，各加入 10 mL~15 mL 盐酸、2mL 氢氟酸和 2mL 硝酸，至试料溶解完全且溶液清亮，稀释至 100mL，其中钇、铒、钕元素加入 15 mL 硫酸，缓慢加热至试样溶解完全，滴加 1 mL 硝酸至

溶液紫色消失，稀释至 100mL，分别绘制工作曲线（工作曲线溶液中各元素校准点见表 16）；连续对空白溶液进行 11 次测定，计算各元素测定结果的标准偏差，以 10 倍标准偏差作为各元素定量下限，具体见表 17。

表 16 定量下限测定试验用工作曲线中各元素校准点（质量分数）/%

元素	校准点 1	校准点 2	校准点 3	校准点 4
Al	0	0.050	0.075	0.10
B	0	0.010	0.015	0.020
Bi	0	0.10	0.150	0.20
Co	0	0.050	0.075	0.10
Cr	0	0.050	0.075	0.10
Cu	0	0.050	0.075	0.10
Fe	0	0.050	0.075	0.10
Er	0	0.050	0.075	0.10
Hf	0	0.050	0.075	0.10
Mg	0	0.010	0.015	0.020
Mn	0	0.010	0.015	0.020
Mo	0	0.050	0.075	0.10
Nb	0	0.050	0.075	0.10
Nd	0	0.050	0.075	0.10
Ni	0	0.010	0.015	0.020
Pb	0	0.10	0.150	0.20
Pd	0	0.050	0.075	0.10
Ru	0	0.050	0.075	0.10
Si	0	0.10	0.150	0.20
Sn	0	0.10	0.150	0.20
Ta	0	0.050	0.075	0.10
V	0	0.050	0.075	0.10
W	0	0.050	0.075	0.10
Y	0	0.0050	0.0075	0.010
Zn	0	0.010	0.015	0.020
Zr	0	0.050	0.075	0.10

表 17 各元素的定量下限

元素	标准偏差/%	定量下限/%	标准测定范围下限/%
	0.10g	0.10g	
Al 394.401nm	0.00031	0.0031	0.005
Al 396.153nm	0.000096	0.00096	0.005
B 249.772nm	0.000091	0.00091	0.0010
Bi 190.171nm	0.00087	0.0087	0.010
Co 230.786nm	0.00062	0.0062	0.005
Co238.892nm	0.00023	0.0023	0.005
Cr 267.716nm	0.00042	0.0042	0.005

Cr 283.563nm	0.00026	0.0026	0.005
Cu 213.597nm	0.00045	0.0045	0.005
Cu 224.700nm	0.00047	0.0047	0.005
Cu 324.752nm	0.00027	0.0027	0.005
Cu 327.393nm	0.00016	0.0016	0.005
Fe 238.204nm	0.00022	0.0022	0.005
Fe 259.939nm	0.00021	0.0021	0.005
Er 369.265nm	0.00043	0.0043	0.005
Hf 232.247nm	0.00032	0.0032	0.005
Hf 277.336nm	0.00050	0.0050	0.005
Mg 280.271nm	0.000022	0.00022	0.001
Mg 279.553nm	0.00010	0.0010	0.001
Mn 257.610nm	0.000029	0.00029	0.001
Mn 260.568nm	0.000060	0.00060	0.001
Mo 202.031nm	0.00044	0.0044	0.005
Nb 269.706nm	0.00041	0.0041	0.005
Nb 292.781nm	0.00046	0.0046	0.005
Nb 309.418nm	0.00050	0.0050	0.005
Nd 410.946nm	0.00089	0.0089	0.010
Ni 231.604nm	0.000095	0.00095	0.001
Pb 217.000nm	0.00099	0.0099	0.010
Pb 220.353nm	0.00079	0.0079	0.010
Pd 340.458nm	0.00032	0.0032	0.005
Ru 240.272nm	0.00045	0.0045	0.005
Si 251.611nm	0.00071	0.0071	0.010
Si 288.158nm	0.00095	0.0095	0.010
Si 185.067nm	0.00071	0.0071	0.010
Sn 189.927nm	0.00073	0.0073	0.010
Sn 242.170nm	0.00093	0.0093	0.010
Sn 242.949nm	0.00086	0.0086	0.010
Ta 240.063nm	0.00041	0.0041	0.005
V 292.402nm	0.00042	0.0042	0.005
V 309.310nm	0.00016	0.0016	0.005
V 310.230nm	0.00021	0.0021	0.005
W 207.912nm	0.00049	0.0049	0.005
Y 360.073nm	0.000044	0.00044	0.0005
Zn 202.548nm	0.000098	0.00098	0.001
Zn 213.85nm	0.000086	0.00086	0.001
Zr 339.197nm	0.00019	0.0019	0.005
Zr 343.823nm	0.00017	0.0017	0.005

通过表 17 可看出，在本实验中确定的实验条件及所使用的仪器检测能力条件下（径向观测方式），称样量为 0.10g 且溶解稀释至 100mL 时，测定下限均能满足标准中测定范围的下限要求。目前市场上主流型号的电感耦合等离子体原子发射光谱仪均为双向观测，且轴向观测灵敏度为径向观测的 3-5 倍，因此在 0.1g 称样量且溶解稀释至 100mL 时，轴向观测结果也完全满足预期标准测定范围下限的要求。但当其他实

实验室的仪器检出能力不及本实验所用仪器时，0.1g 样品量可能会导致部分元素达不到测定下限要求，此时可以考虑通过增大称样量至 0.5g 的方式解决此问题。

3.8 工作曲线绘制

选择 3.6 中相应的校准溶液，绘制了一系列工作曲线，工作曲线信息见表 18。

表 18 工作曲线信息

元素	谱线/nm	线性范围/ mg/L	线性回归方程	线性回归系数
Al	394.401	0.0050~0.20	$y=1.36470 \times 10^4 x + 144.61110$	0.9998
		0.20~5.00	$y=1.20260 \times 10^4 x + 464.60450$	0.9991
		5.00~15.00	$y=1.05020 \times 10^4 x + 6010.82600$	0.9999
		15.00~40.00	$y=0.5127 \times 10^4 x + 4061.2537$	1.0000
B	249.772	0.0010~0.20	$y=6161.19000 \times 10^4 x + 16.03178$	0.9998
Bi	190.171	0.010~0.20	$y=1493.40800 \times 10^4 x - 399.41130$	0.9998
Co	230.786	0.0050~0.20	$y=5.50260 \times 10^4 x - 454.12720$	0.9998
Cr	267.716	0.0050~0.20	$y=7.90890 \times 10^4 x + 671.85710$	0.9995
		0.20~5.00	$y=8.75070 \times 10^4 x - 33.65073$	0.9999
	267.716	5.00~20.00	$y=5.97561 \times 10^4 x + 103.64236$	0.9996
Cu	324.752	0.0050~0.20	$y=2.02483 \times 10^4 x - 5120.00000$	0.9992
		0.20~5.00	$y=1.08809 \times 10^4 x + 1031.04320$	0.9996
Fe	259.939	0.0050~0.20	$y=3.59576 \times 10^4 x + 1031.24750$	0.9996
		0.20~5.00	$y=2.00201 \times 10^4 x + 5172.12200$	0.9996
Er	369.265	0.0050~0.20	$y=6.77790 \times 10^4 x - 3067.42005$	0.9995
Hf	277.336	0.0050~0.20	$y=5.68780 \times 10^4 x + 5512.22200$	0.9997
		0.20~2.00	$y=5.54730 \times 10^4 x + 5659.07900$	0.9998
Mg	280.271	0.0010~0.20	$y=6.99881 \times 10^4 x + 203810.000145$	0.9999
Mn	257.610	0.0010~0.20	$y=1.16803 \times 10^6 x - 235.08020$	1.0000
		0.20~3.00	$y=3.20289 \times 10^6 x + 49453.02411$	0.9994
Mo	202.031	0.0050~0.20	$y=3.13290 \times 10^4 x + 139.92850$	0.9994
		0.20~5.00	$y=3.12770 \times 10^4 x + 352.36430$	0.9997
		5.00~35.00	$y=3.09762 \times 10^4 x + 1365.45103$	0.9999
Nb	269.706	0.0050~0.20	$y=1.06482 \times 10^4 x + 164.02364$	0.9993
		0.20~5.00	$y=1.03466 \times 10^4 x - 1616.16874$	0.9991
		5.00~50.00	$y=4.59830 \times 10^4 x - 2031.63100$	0.9998
Nd	410.946	0.010~0.20	$y=4.99830 \times 10^4 x + 1013.00053$	0.9991
		0.20~3.00	$y=3.49532 \times 10^4 x + 8236.49732$	0.9992
Ni	231.604	0.0010~0.20	$y=4.49110 \times 10^4 x - 659.04760$	0.9994
		0.20~2.00	$y=4.18070 \times 10^4 x + 384.85770$	1.0000
Pb	217.000	0.010~0.20	$y=4418.32600x - 1422.26200$	0.9997
Pd	340.458	0.0050~0.20	$y=4.02440 \times 10^4 x + 2.24616 \times 10^4$	0.9995
		0.20~0.50	$y=3.06497 \times 10^4 x + 2.27980 \times 10^4$	0.9997
Ru	240.272	0.0050~0.20	$y=6.06310 \times 10^4 x - 277.41110$	0.9997
		0.20~0.50	$y=6.03641 \times 10^4 x + 31.66156$	0.9991
Si	288.158	0.010~0.20	$y=9.62730 \times 10^4 x + 930.05640$	0.9993
		0.20~1.00	$y=5.83710 \times 10^4 x + 6399.04800$	0.9995
Sn	242.170	0.010~0.20	$y=4215.23800x - 785.23820$	0.9998
		0.20~5.00	$y=4321.02442x + 1365.12643$	0.9999

		5.00~12.00	$y=4067.15633x+1354.48621$	0.9992
Ta	240.063	0.0050~0.20	$y=5.51570 \times 10^4 x+948.97220$	0.9995
		0.20~2.50	$y=5.45380 \times 10^4 x-2806.80800$	0.9999
V	309.310	0.0050~0.20	$y=5.80847 \times 10^5 x-4385.63700$	0.9999
		0.20~5.00	$y=1.18668 \times 10^6 x-12484.53156$	0.9998
		5.00~30.00	$y=1.64298 \times 10^6 x+2398743.16642$	0.9999
W	207.912	0.0050~0.20	$y=1.59930 \times 10^4 x+500.59540$	0.9999
		0.20~2.50	$y=1.70370 \times 10^4 x+443.12760$	0.9998
Y	360.073	0.0005~0.20	$y=7.49023 \times 10^3 x+-379.82600$	0.9997
Zn	202.548	0.0010~0.20	$y=2.88582 \times 10^3 x+364.17230$	0.9999
Zr	343.823	0.0050~0.20	$y=7.58438 \times 10^3 x-3288.17500$	0.9996
		0.20~5.00	$y=1.64822 \times 10^5 x+31462.39426$	0.9997
		5.00~15.00	$y=2.64982 \times 10^5 x+6412365.36412$	0.9997

3.8 精密度和准确度试验

将 GB/T4698 系列标准中已含有的铁、锰、钼、硼、铝、锡、铬、钒、钴、铌、钽、镍、钨、钨、钨、钨、钨 14 个元素的 ICP-AES 检测方法在本次起草方法的测定范围进行比对, 具体见表 19。对超出 GB/T 4698 系列标准中元素测定范围的部分(包括铁、锰、钼、铝、锡、铬、钒、钴、铌、钽、镍、钨、钨等 13 个元素)进行了精密度试验, 测定范围重合的部分经评估后沿用 GB/T4698 系列标准中精密度试验的原始数据。对新增元素包括铋、钨、钨、钨、钨、钨、钨、钨、钨、钨、钨、钨等 12 个元素(见表 20)进行了精密度和准确度试验。

精密度和准确度数据共涉及钛合金样品 44 个, 包括 16 个合成样品(见表 21)和 28 个实际样品, 具体试验结果见表 22~表 44。

表 19 GB/T4698 系列标准元素扩充的检测范围

元素	原方法测定范围/%	新方法测定范围%
Fe	0.01~3.0	0.005~5.00
Mn	0.005~3.00	0.001~3.00
Mo	0.10~16.00	0.005~35.00
Al	0.010~8.50	0.005~15.00
Sn	0.05~12.00	0.010~12.00
Cr	0.010~15.00	0.005~20.00
V	0.010~15.00	0.005~30.00
Zr	0.010~15.00	0.005~15.00
Nb	0.10~16.00	0.005~50.00
Pd	0.02~0.30	0.005~0.50
Ni	0.010~2.00	0.001~2.00
Nd	0.10~3.00	0.010~3.00
Ru	0.05~0.50	0.005~0.50

表 20 新增检测元素及其范围

新增元素	测定范围/%
Bi	0.010~0.20
Co	0.005~0.20
Er	0.005~0.20
Mg	0.001~0.20
Pb	0.010~0.20
Y	0.0005~0.20

Zn	0.001~0.20
Cu	0.005~5.00
Hf	0.005~2.00
Si	0.010~1.00
Ta	0.005~2.50
W	0.005~2.50

表 21 合成样品信息

编号	合成样品信息
1#	准确称取 0.1000g 金属钛 (2.2.7) 于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中, 分别加入各元素 (除铁、钷元素外) 测定范围下限 2 倍含量需对应加入的各元素标准溶液, 按照本研究确定的试液制备方法制备成待测试液。
2#	准确称取 0.1000g 金属钛 (2.2.7) 于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中, 分别加入铋、钴、铜、钼、钨、镁、铅、钨、钷、钆固体含量为 0.15% 和钷固体含量为 0.40% 时需对应加入的各元素标准溶液, 按照本研究确定的试液制备方法制备成待测试液。
3#	准确称取 0.1000g Ti2AlNb 样品于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入铝固体含量为 4.00% 时需对应加入的铝元素标准溶液, 按照本研究确定的试液制备方法制备成待测试液。
4#	准确称取 0.1000g TB2 样品于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入铬固体含量为 10.00% 时需对应加入的铬元素标准溶液, 按照本研究确定的试液制备方法制备成待测试液。
5#	准确称取 0.1000g TA13 样品于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入铜固体含量为 2.00% 时需对应加入的铜元素标准溶液, 按照本研究确定的试液制备方法制备成待测试液。
6#	准确称取 0.1000g TB6 样品于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入铁固体含量为 2.50% 时需对应加入的铁元素标准溶液, 按照本研究确定的试液制备方法制备成待测试液。
7#	准确称取 0.1000g Zr47 样品于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入钨固体含量为 0.80% 时需对应加入的钨元素标准溶液, 按照本研究确定的试液制备方法制备成待测试液。
8#	准确称取 0.1000g 金属钛 (2.2.7) 于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入钷固体含量为 0.010% 时需对应加入的钷元素标准溶液, 按照本研究确定的试液制备方法 (待测元素为钷) 制备成待测试液。
9#	准确称取 0.1000g 金属钛 (2.2.7) 于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入钷固体含量为 0.15% 时需对应加入的钷元素标准溶液, 按照本研究确定的试液制备方法 (待测元素为钷) 制备成待测试液。
10#	准确称取 0.1000g TA9 样品于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入钷固体含量为 0.30% 时需对应加入的钷元素标准溶液, 按照本研究确定的试液制备方法制备成待测试液。
11#	准确称取 0.1000g TA32 样品于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入硅固体含量为 0.20%、锡固体含量为 8.00% 时需对应加入的各元素标准溶液, 按照本研究确定的试液制备方法制备成待测试液。
12#	准确称取 0.1000g TB5 样品于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入钷固体含量为 15.00% 时需对应加入的钷元素标准溶液, 按照本研究确定的试液制备方法制备成待测试液。
13#	准确称取 0.1000g Ti65 样品于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入钷固体含量为 0.50%、钨固体含量为 1.50% 时需对应加入的钷标准溶液, 按照本研究确定的试液制备方法制备成待测试液。
14#	准确称取 0.1000g TA12 样品于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入钷固体含量为 1.50% 时需对应加入的钷元素标准溶液, 按照本研究确定的试液制备方法 (待测元素为钷) 制备成待测试液。
15#	准确称取 0.1000g Ti2AlNb 样品于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入铝固体含量为 10.00% 时需对应加入的铝元素标准溶液, 按照本研究确定的试液制备方法制备成待测试液。(Ti2AlNb 中 Al 实际含量 10.27%, 讨论稿中已完成精密度检测)
16#	准确称取 0.1000g TiAl 样品于 250mL 聚四氟乙烯烧杯中, 加入铝固体含量为 6.00% 时需对应加入的铝元素标准溶液, 按照本研究确定的试液制备方法制备成待测试液。

表 22 铝元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	铝元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%	加入量/%	测得量/%	回收率/%
合成样 1#	0.010	0.10	Al396.153	0.0096, 0.0105, 0.0102, 0.0101, 0.0106, 0.0111, 0.0102, 0.0099, 0.0096, 0.0109, 0.0097	0.010	5.01	/	/	/
Ti2AlNb	10.0	0.10	Al394.401	10.273, 10.201, 10.318, 10.334, 10.211, 10.417, 10.185, 10.244, 10.187, 10.306, 10.296	10.27	0.71	4.00	14.272	100.05
合成样 3# (Ti2AlNb+4.0Al)	14.0	0.10	Al394.401	14.297, 14.323, 14.116, 14.449, 14.189, 14.156, 14.344, 14.276, 14.383, 14.109, 14.355	14.27	0.80	/	/	/
合成样 15# (Ti2AlNb+10%Al)	20.3	0.10	394.401	20.73、20.60、20.67、20.75、20.75、20.72、20.94、20.48、20.70、20.65、20.62	20.69	0.55	/	/	/
TiAl	29.0	0.10	394.401	28.71、29.03、29.07、29.17、29.14、28.92、28.89、29.05、28.86、28.77、28.49	28.92	0.71	5.00	34.12	104.2
合成样 16# (TiAl+6%Al)	35.0	0.10	394.401	34.84、34.77、34.83、34.87、34.74、34.75、34.83、35.27、35.14、34.89、34.73	34.88	0.49	/	/	/

表 23 铋元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	铋元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%	加入量/%	测得量/%	回收率/%
合成样 1#	0.020	0.10	Bi190.171	0.0206, 0.0179, 0.0187, 0.0212, 0.0203, 0.0193, 0.0202, 0.0211, 0.0193, 0.0194, 0.0202	0.020	5.12	/	/	/
合成样 2#	0.15	0.10	Bi190.171	0.152, 0.154, 0.144, 0.147, 0.155, 0.149, 0.150, 0.149, 0.153, 0.150, 0.146	0.15	2.28	/	/	/

表 24 钴元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	钴元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验 加标回收试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%	加入量/%	测得量/%	回收率/%
合成样 1#	0.010	0.10	Co238.892	0.0104, 0.00965, 0.00937, 0.0101, 0.0111, 0.0107, 0.00987, 0.00992, 0.0107, 0.0102, 0.00996	0.010	5.00	/	/	/
合成样 2#	0.15	0.10	Co238.892	0.151, 0.147, 0.155, 0.144, 0.148, 0.151,	0.15	2.15	/	/	/

				0.151, 0.155, 0.150, 0.150					
--	--	--	--	-------------------------------	--	--	--	--	--

表 25 铬元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	铬元素 名义含 量/%	试料 量/g	谱线/nm	精密度的试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值 /%	RSD/%	加入 量/%	测得量 /%	回收率 /%
合成样 1#	0.010	0.10	Cr283.563	0.0101, 0.0104, 0.00997, 0.00996, 0.0101, 0.0102, 0.0109, 0.00998, 0.00993, 0.0101, 0.0103	0.010	2.77	/	/	/
合成样 4# (TB2+10.0Cr)	18.0	0.10	Cr267.716	18.021, 17.982, 18.015, 18.103, 18.057, 17.896, 17.989, 18.073, 18.006, 18.032, 18.019	18.02	0.30	/	/	/

表 26 铜元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	铜元素 名义含 量/%	试料 量/g	谱线/nm	精密度的试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值 /%	RSD/%	加入 量/%	测得量 /%	回收率 /%
合成样 1#	0.010	0.10	Cu324.752	0.00996, 0.00997, 0.0101, 0.0107, 0.00998, 0.00989, 0.0102, 0.0112, 0.0104, 0.0101, 0.0103	0.010	3.83	/	/	/
合成样 2#	0.15	0.10	Cu324.752	0.152, 0.146, 0.149, 0.149, 0.153, 0.161, 0.157, 0.148, 0.154, 0.151, 0.146	0.15	3.06	/	/	/
TC10	0.50	0.10	Cu324.752	0.778, 0.770, 0.769, 0.766, 0.781, 0.782, 0.772, 0.779, 0.771, 0.775, 0.778	0.77	0.69	0.50	1.269	99.80
TA13	2.5	0.10	Cu324.752	2.469, 2.476, 2.457, 2.476, 2.481, 2.459, 2.465, 2.499, 2.474, 2.467, 2.476	2.47	0.47	2.00	4.475	100.25
合成样 5# (TA13+2.0Cu)	4.5	0.10	Cu324.752	4.483, 4.476, 4.459, 4.446, 4.494, 4.437, 4.482, 4.471, 4.484, 4.492, 4.505	4.48	0.46	/	/	/

表 27 钕元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	钕元素 名义含 量/%	试料量 /g	谱线/nm	精密度的试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值 /%	RSD/%	加入量 /%	测得量 /%	回收率 /%
合成样 1#	0.010	0.10	Er369.265	0.00995, 0.00997, 0.0101, 0.0103, 0.00998, 0.00997, 0.0104, 0.0102, 0.0101, 0.0109, 0.00999	0.0102	2.80	0.010	0.0102	102.00
合成样 2#	0.15	0.10	Er369.265	0.151, 0.149, 0.150, 0.152, 0.153, 0.148, 0.150, 0.149, 0.152, 0.151, 0.147	0.150	1.22	0.15	0.150	100.00

表 28 铁元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	铁元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%	加入量/%	测得量/%	回收率/%
TA32	杂质	0.10	Fe238.204	0.0115, 0.0124, 0.0127, 0.0120, 0.0116, 0.0123, 0.0120, 0.0124, 0.0116, 0.0126, 0.0121	0.012	3.41	0.010	0.0232	111.00
合成样 6# (TB6+2.5Fe)	4.5	0.10	Fe238.204	4.343, 4.357, 4.361, 4.279, 4.265, 4.349, 4.338, 4.341, 4.296, 4.353, 4.535	4.35	1.62	/	/	/

表 29 铪元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	铪元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%	加入量/%	测得量/%	回收率/%
合成样 1#	0.010	0.10	Hf232.247	0.00997, 0.00998, 0.00997, 0.0104, 0.0101, 0.0103, 0.0111, 0.0106, 0.00996, 0.00994, 0.0104	0.010	3.55	/	/	/
合成样 2#	0.15	0.10	Hf232.247	0.149, 0.147, 0.152, 0.156, 0.153, 0.151, 0.151, 0.146, 0.152, 0.147, 0.153	0.151	2.04	/	/	/
Zr47	1.0	0.10	Hf232.247	1.025, 1.027, 1.024, 1.029, 1.023, 1.027, 1.027, 1.033, 1.036, 1.033, 1.034	1.03	0.43	0.80	1.831	100.12
合成样 7# (Zr47+0.80Hf)	1.8	0.10	Hf232.247	1.824, 1.817, 1.832, 1.825, 1.843, 1.837, 1.841, 1.826, 1.836, 1.829, 1.831	1.83	0.43	/	/	/

表 30 锰元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	锰元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%	加入量/%	测得量/%	回收率/%
合成样 1#	0.002	0.10	Mn257.610	0.00198, 0.00197, 0.00199, 0.00201, 0.00198, 0.00206, 0.00194, 0.00202, 0.00208, 0.00205, 0.00203	0.002	2.12	/	/	/

表 31 镁元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	镁元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%	加入量/%	测得量/%	回收率/%
合成样 1#	0.002	0.10	Mg280.271	0.00191, 0.00197, 0.00201, 0.00205, 0.00205, 0.00203, 0.00194, 0.00209, 0.00211, 0.00189, 0.00213,	0.002	3.99	/	/	/

合成样 2#	0.15	0.10	Mg280.271	0.149, 0.147, 0.152, 0.156, 0.153, 0.151, 0.151, 0.146, 0.152, 0.147, 0.153	0.151	3.19	/	/	/
-----------	------	------	-----------	--	-------	------	---	---	---

表 32 钼元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌 号	钼元素名 义含量/%	试料量 /g	谱线/nm	精密度的试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值 /%	RSD/%	加入量 /%	测得量 /%	回收率 /%
合成样 1#	0.010	0.10	Mo202.031	0.0102, 0.0101, 0.0100, 0.0101, 0.0100, 0.0100, 0.0108, 0.0115, 0.0104, 0.0105, 0.0110	0.010	4.80	/	/	/
TB7	32.0	0.10	Mo202.031	31.908, 31.926, 31.744, 32.171, 31.655, 32.250, 32.001, 31.894, 31.927, 31.971, 32.059	31.96	0.53	/	/	/

表 33 铌元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌 号	铌元素名 义含量/%	试料量 /g	谱线/nm	精密度的试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值 /%	RSD/%	加入量 /%	测得量 /%	回收率 /%
合成样 1#	0.010	0.10	Nb309.410	0.0101, 0.00989, 0.0103, 0.0105, 0.0107, 0.00994, 0.00996, 0.00991, 0.0102, 0.0102, 0.00993	0.010	2.62	/	/	/
TB14	45.0	0.10	Nb309.410	45.668, 46.125, 45.876, 45.576, 45.910, 46.260, 45.802, 45.667, 45.798, 45.787, 45.669	45.83	0.45	/	/	/

表 34 钕元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌 号	钕元素名 义含量/%	试料量 /g	谱线/nm	精密度的试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值 /%	RSD/%	加入量 /%	测得量 /%	回收率 /%
合成样 8#	0.010	0.10	Nd410.94 6	0.0110, 0.0104, 0.00999, 0.00995, 0.0104, 0.0101, 0.00996, 0.0102, 0.0102, 0.00992, 0.0103	0.0102	3.06	0.010	0.0102	102.00
合成样 9#	0.15	0.10	Nd410.94 6	0.151, 0.147, 0.149, 0.152, 0.148, 0.152, 0.151, 0.150, 0.146, 0.150, 0.152	0.150	1.39	0.15	0.150	100.00
TA12	1.0	0.10	Nd410.94 6	0.726, 0.729, 0.735, 0.736, 0.737, 0.739, 0.741, 0.741, 0.727, 0.735, 0.740	0.735	0.74	1.50	0.149	99.33
合成样 14# (TA12+1 .5Nd)	2.0	0.10	Nd410.94 6	2.226, 2.231, 2.219, 2.227, 2.236, 2.218, 2.222, 2.233, 2.227, 2.239, 2.228	2.228	0.30	/	/	/

表 35 镍元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌 号	镍元素名 义含量/%	试料量 /g	谱线/nm	精密度的试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值 /%	RSD/%	加入量 /%	测得量 /%	回收率 /%

合成样 1#	0.002	0.10	Ni231.604	0.00202, 0.00196, 0.00193, 0.00197, 0.00204, 0.00211, 0.00204, 0.00206, 0.00196, 0.00205, 0.00203	0.002	2.68	/	/	/
-----------	-------	------	-----------	---	-------	------	---	---	---

表 36 铅元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌 号	铅元素名 义含量/%	试料量 /g	谱线/nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值 /%	RSD/%	加入量 /%	测得量 /%	回收率 /%
合成样 1#	0.020	0.10	Pb217.000	0.0201, 0.0202, 0.0191, 0.0186, 0.0189, 0.0201, 0.0217, 0.0213, 0.0203, 0.0194, 0.0213	0.020	5.14	/	/	/
合成样 2#	0.15	0.10	Pb217.000	0.148, 0.151, 0.137, 0.146, 0.153, 0.151, 0.146, 0.157, 0.156, 0.147, 0.147	0.15	3.72	/	/	/

表 37 钯元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	钯元素 名义含 量/%	试料量 /g	谱线/nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值 /%	RSD/%	加入量 /%	测得量 /%	回收率 /%
合成样 1#	0.010	0.10	Pd340.45 8	0.0101, 0.00997, 0.00994, 0.00997, 0.0103, 0.0106, 0.0103, 0.0101, 0.0102, 0.00998, 0.0103	0.010	2.00	/	/	/
合成样 10# (TA9+0.3P d)	0.45	0.10	Pd340.45 8	0.428, 0.432, 0.435, 0.431, 0.437, 0.433, 0.429, 0.429, 0.431, 0.434, 0.433	0.43	0.64	/	/	/

表 38 钌元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌 号	钌元素名 义含量/%	试料量 /g	谱线/nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均 值/%	RSD/%	加入量 /%	测得量 /%	回收率 /%
合成样 1#	0.010	0.10	Ru 240.272	0.0101, 0.0101, 0.0103, 0.00998, 0.00996, 0.0102, 0.0102, 0.0103, 0.0102, 0.0107, 0.0102	0.010	1.95	/	/	/

表 39 硅元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌 号	硅元素名 义含量/%	试料量 /g	谱线/nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值 /%	RSD/%	加入量 /%	测得量 /%	回收率 /%
合成样 1#	0.020	0.10	Si288.158	0.0203, 0.0198, 0.0204, 0.0206, 0.0200, 0.0203, 0.0195, 0.0194, 0.0202, 0.0204, 0.0201	0.020	1.91	/	/	/
TA19	0.08	0.10	Si288.158	0.0959, 0.0941, 0.0977, 0.0972, 0.0965, 0.0965, 0.0960, 0.0967, 0.0971, 0.0959, 0.0967	0.096	0.98	0.10	0.195	98.96
TA32	0.30	0.10	Si288.158	0.279, 0.271, 0.298, 0.287, 0.273, 0.287, 0.283, 0.283, 0.291, 0.287, 0.277	0.28	2.81	0.20	0.484	102.00
合成样	0.50	0.10	Si288.158	0.486, 0.478, 0.482, 0.472,	0.48	1.45	/	/	/

11# (TA32+0.20Si)				0.487, 0.485, 0.493, 0.496, 0.481, 0.484, 0.476					
----------------------	--	--	--	--	--	--	--	--	--

表 40 锡元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	锡元素 名义含 量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值 /%	RSD/%	加入量 /%	测得量 /%	回收率 /%
合成样 1#	0.020	0.10	Sn242.170	0.0195, 0.0197, 0.0189, 0.0203, 0.0204, 0.0207, 0.0209, 0.0201, 0.0205, 0.0196, 0.0203	0.020	2.96	/	/	/

表 41 钽元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	钽元素 名义含 量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值 /%	RSD/%	加入量 /%	测得量 /%	回收率 /%
合成样 1#	0.020	0.10	Ta240.063	0.0111, 0.0103, 0.0101, 0.0099, 0.0097, 0.0101, 0.0106, 0.00994, 0.00997, 0.00999, 0.0102	0.010	3.80	/	/	/
TA32	0.40	0.10	Ta240.063	0.4069、0.4068、0.4014、 0.4007、0.4027、0.3986、 0.3966、0.4004、0.3964、 0.3964、0.3922	0.40	1.13	/	/	/
Ti65	1.90	0.10	Ta240.063	1.850、1.881、1.889、1.872、 1.880、1.900、1.892、1.909、 1.892、1.921、1.931	1.89	1.20	0.40	2.40	102.00
合成样 13# (Ti65+0.50Ta)	2.4	0.10	Ta240.063	2.401, 2.402, 2.379, 2.423, 2.413, 2.409, 2.397, 2.426, 2.381, 2.377, 2.409	2.40	0.70	/	/	/

表 42 钒元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	钒元素 名义含 量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均值 /%	RSD/%	加入量 /%	测得量 /%	回收率 /%
合成样 1#	0.010	0.10	V309.310	0.0101, 0.0103, 0.00996, 0.0108, 0.00998, 0.0104, 0.0103, 0.00994, 0.00998, 0.0101, 0.0102	0.010	2.52	/	/	/
合成样 12# (TB5+1 5.0V)	30.0	0.10	V292.402	28.533, 28.369, 28.657, 28.598, 28.954, 28.766, 28.747, 28.839, 28.815, 28.677, 28.701	28.70	0.56	/	/	/

表 43 钨元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	钨元素 名义含 量/%	试料量/g	谱线 /nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均 值/%	RSD/%	加入量 /%	测得量 /%	回收率 /%
合成样 1#	0.010	0.10	W207.9 12	0.0102, 0.0104, 0.0103, 0.00998, 0.0101, 0.00997, 0.0102, 0.00996, 0.0101, 0.0102, 0.0102	0.010	1.38	/	/	/
合成样 2#	0.15	0.10	W207.9 12	0.151, 0.151, 0.147, 0.153, 0.149,	0.15	1.72	/	/	/

				0.154,0.155,0.148, 0.148, 0.152, 0.151					
Ti65	0.80	0.10	W207.9 12	0.757、0.786、0.758、 0.8002、0.791、 0.735、0.745、0.773、 0.774、0.784、0.791	0.77	2.71	1.50	2.30	102.00
合成样 13# (Ti65+1.50W)	2.3	0.10	W207.9 12	2.311,2.288,2.313, 2.301,2.306,2.292, 2.311,2.290,2.304, 2.303, 2.307	2.30	0.35	/	/	/

表 44 钨元素的精密度和加标回收试验结果

试样 牌号	钨元素 名义含 量/%	试料 量/g	谱线/nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均 值/%	RSD/%	加入量 /%	测得量 /%	回收率 /%
合成 样 1#	0.001	0.10	Y360.073	0.00101, 0.00101, 0.00099, 0.00102, 0.001, 0.00102, 0.00099, 0.00098, 0.00101, 0.00097, 0.00097,	0.0010	1.85	/	/	/
合成 样 2#	0.15	0.10	Y360.073	0.152,0.151,0.152,0.151,0.148, 0.150, 0.147, 0.151, 0.154, 0.147, 0.149	0.15	1.48	/	/	/

表 45 锌元素的精密度和加标回收试验结果

试样 牌号	锌元 素名 义含 量/%	试料 量/g	谱线/nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均 值/%	RSD/ %	加入量 /%	测得量 /%	回收率 /%
合成 样 1#	0.002	0.10	Zn213.85 7	0.00201, 0.00203, 0.00201, 0.00196, 0.00193, 0.00194, 0.00203, 0.00206, 0.00203	0.002	2.05	/	/	/
合成 样 2#	0.15	0.10	Zn213.85 7	0.155, 0.151, 0.153, 0.146, 0.149, 0.147, 0.152, 0.152, 0.153, 0.152, 0.149	0.15	1.82	/	/	/

表 46 锆元素的精密度和加标回收试验结果

试样 牌号	锆元 素名 义含 量/%	试料 量 /g	谱线/nm	精密度试验			加标回收试验		
				测定结果/%	平均 值 /%	RSD/%	加入量/%	测得量/%	回收率/%
合成 样 1#	0.010	0.10	Zr343.823	0.0104, 0.0111, 0.00994, 0.00996, 0.00989, 0.0102, 0.0112, 0.0106, 0.00998, 0.0104, 0.01013	0.010	4.42	/	/	/

通过表 22~表 46 可看出,采用本方法对不同含量水平状况下的各元素含量进行测定,其 11 次测定结果的相对标准偏差 (RSD%) 均小于 5.50%,说明本方法测定结果精密度良好,加标回收试验表明各元素回收率均在 95.00%~115.00%之间,说明测定结果准确可靠。

3.9 引用 GB/T 4698 系列标准中的原数据

电感耦合等离子体原子发射法测定海绵钛、钛及钛合金中铁、锰、钼、硼、铝、锡、铬、钒、锆、铌、钽、镍、钒 13 个元素测定范围内的不同含量的精密度和准确度试验结果见表 47~表 59。

表 47 铝元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	铝元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%
合成样 2#	0.15	0.10	Al394.401	0.147,0.152,0.146,0.151,0.153,0.152,0.154,0.149,0.141,0.151, 0.158	0.15	3.01
TA21	1.0	0.10	Al394.401	1.198,1.186,1.199,1.213,1.199,1.200,1.210,1.196,1.206,1.195,1.203	1.20	0.62
TC1	2.0	0.10	Al394.401	1.768,1.785,1.804,1.830,1.797,1.790,1.790,1.800, 1.794, 1.807, 1.815	1.80	0.90
TA5	4.0	0.10	Al394.401	4.155, 4.273, 4.234, 4.189, 4.246, 4.255, 4.271, 4.197, 4.253, 4.218, 4.246	4.23	0.88
TA19	6.0	0.10	Al394.401	6.214, 6.248, 6.198, 6.276, 6.253, 6.185, 6.263, 6.234, 6.218, 6.229, 6.246	6.23	0.44
TA11	8.0	0.10	Al394.401	7.705, 7.638, 7.674, 7.745, 7.674, 7.633, 7.725, 7.717, 7.695, 7.729, 7.689	7.69	0.47

表 48 硼元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	硼元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%
合成样 1#	0.0020	0.10	B249.772	0.00196,0.00202,0.00206,0.00205,0.00209,0.00205,0.00209,0.00197,0.00199,0.00211,0.00196	0.0020	2.71
TA5	0.0050	0.10	B249.772	0.00494,0.00518,0.00516,0.00511,0.00505,0.00514,0.00512,0.00499,0.00501,0.00489,0.00497	0.0051	1.92
合成样 2#	0.15	0.10	B249.772	0.151,0.148,0.154,0.150,0.151,0.151,0.144,0.152,0.155,0.152,0.149	0.15	1.98

表 49 铬元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	铬元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%
合成样 2#	0.15	0.10	Cr283.563	0.154, 0.149, 0.151, 0.152, 0.152, 0.149, 0.155, 0.144, 0.150, 0.149, 0.149	0.15	1.99
TC18	1.0	0.10	Cr267.716	0.981, 1.012, 0.998, 1.007, 0.995, 1.007, 1.001, 0.997, 1.006, 0.998, 1.002	1.00	0.83
TB5	3.0	0.10	Cr267.716	2.817, 2.866, 2.860, 2.833, 2.867, 2.837, 2.834, 2.820, 2.853, 2.831, 2.839	2.84	0.61
TB2	8.0	0.10	Cr267.716	8.025, 8.038, 8.118, 8.104, 7.988, 8.092, 7.948, 8.046, 7.993, 8.071, 8.065	8.04	0.66

表 50 铁元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	铁元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%
TA10	杂质	0.10	Fe238.204	0.0434, 0.0412, 0.0415, 0.0423, 0.0427, 0.0424, 0.0421, 0.0426, 0.0430, 0.0427, 0.0432	0.042	1.58
TA9	杂质	0.10	Fe238.204	0.0710, 0.0719, 0.0715, 0.0710, 0.0719, 0.0712, 0.0716, 0.0716, 0.0705, 0.0717, 0.0716	0.071	0.61
TA5	杂质	0.10	Fe238.204	0.220, 0.206, 0.222, 0.221, 0.220, 0.204, 0.214, 0.217, 0.221, 0.223, 0.220	0.22	2.98

TC10	0.50	0.10	Fe238.204	0.798, 0.789, 0.787, 0.792, 0.797, 0.792, 0.789, 0.789, 0.794, 0.791, 0.796	0.79	0.46
TC18	1.0	0.10	Fe238.204	0.987, 1.024, 1.007, 1.015, 1.002, 1.012, 1.004, 0.992, 1.004, 1.003, 1.004	1.00	1.01
TB6	2.0	0.10	Fe238.204	1.906, 1.887, 1.827, 1.843, 1.817, 1.821, 1.840, 1.905, 1.887, 1.831, 1.819	1.85	1.92

表 51 锰元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	锰元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%
合成样 2#	0.15	0.10	Mn257.610	0.147, 0.155, 0.153, 0.155, 0.158, 0.144, 0.148, 0.149, 0.151, 0.152, 0.151	0.151	2.68
TA21	1.0	0.10	Mn257.610	1.011, 0.999, 1.033, 1.019, 1.021, 1.010, 1.004, 1.007, 1.013, 1.017, 1.004	1.01	0.95
TC1	1.5	0.10	Mn257.610	1.800, 1.710, 1.721, 1.760, 1.770, 1.719, 1.734, 1.780, 1.763, 1.746, 1.757	1.75	1.59
合成样 8# (TC1+1.0 Mn)	2.5	0.10	Mn257.610	2.762, 2.786, 2.741, 2.726, 2.769, 2.766, 2.746, 2.754, 2.738, 2.774, 2.747	2.76	0.65

表 52 钼元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	钼元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%
合成样 2#	0.15	0.10	Mo202.031	0.145, 0.152, 0.149, 0.147, 0.155, 0.157, 0.159, 0.151, 0.144, 0.148, 0.148	0.15	3.23
TA10	0.35	0.10	Mo202.031	0.350, 0.330, 0.345, 0.332, 0.329, 0.329, 0.325, 0.345, 0.336, 0.355, 0.341	0.34	2.92
TA11	1.0	0.10	Mo202.031	1.088, 1.082, 1.084, 1.094, 1.079, 1.078, 1.070, 1.081, 1.087, 1.085, 1.089	1.08	0.59
TA19	2.0	0.10	Mo202.031	1.978, 1.999, 1.968, 1.997, 1.986, 1.982, 1.982, 1.987, 1.978, 1.989, 1.983	1.98	0.44
TB2	5.0	0.10	Mo202.031	4.876, 4.784, 4.876, 4.858, 4.836, 4.919, 4.894, 4.797, 4.869, 4.894, 4.878	4.86	0.85
TB8	15.0	0.10	Mo202.031	15.461, 15.483, 15.376, 15.422, 15.481, 15.384, 15.443, 15.364, 15.387, 15.266, 15.323	15.40	0.48

表 53 铌元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	铌元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%
TA32	0.50	0.10	Nb309.410	0.376, 0.379, 0.376, 0.377, 0.377, 0.376, 0.377, 0.374, 0.378, 0.377, 0.375	0.377	0.36
TC31	3.0	0.10	Nb309.410	2.837, 2.788, 2.819, 2.852, 2.849, 2.861, 2.857, 2.847, 2.795, 2.854, 2.828	2.84	0.88
TC20	7.0	0.10	Nb309.410	7.070, 7.013, 7.052, 6.996, 7.054, 7.053, 7.070, 7.047, 7.032, 7.053, 7.052	7.04	0.32
TC26	13.0	0.10	Nb309.410	13.143, 13.141, 13.106, 13.121, 13.163, 13.247, 13.024, 13.367, 13.349, 13.138, 13.106	13.17	0.80

表 54 镍元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	镍元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%
合成样 2#	0.15	0.10	Ni231.604	0.149, 0.151, 0.157, 0.159, 0.143, 0.146, 0.151, 0.161, 0.144, 0.148, 0.152	0.15	3.93
TA22	1.0	0.10	Ni231.604	0.505, 0.501, 0.504, 0.509, 0.512, 0.501, 0.509, 0.504, 0.501, 0.503, 0.503	0.50	0.74
TA10	0.80	0.10	Ni231.604	0.875, 0.856, 0.855, 0.863, 0.872, 0.869, 0.871, 0.870, 0.880, 0.872, 0.883	0.87	1.01
合成样 9# (TA10 +1.0Ni)	1.8	0.10	Ni231.604	1.867, 1.874, 1.853, 1.849, 1.867, 1.884, 1.875, 1.891, 1.868, 1.870, 1.877	1.87	0.65

表 55 钯元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	钯元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%
TA8	0.05	0.10	Pd340.458	0.0595, 0.0594, 0.0584, 0.0580, 0.0586, 0.0561, 0.0589, 0.0583, 0.0587, 0.0585, 0.0589	0.058	1.55
TA9	0.15	0.10	Pd340.458	0.133, 0.132, 0.134, 0.132, 0.133, 0.132, 0.133, 0.134, 0.133, 0.134, 0.133	0.13	0.58

表 56 钌元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	钌元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%
合成样 2#	0.40	0.10	Ru240.272	0.405, 0.402, 0.397, 0.406, 0.395, 0.411, 0.403, 0.393, 0.401, 0.402, 0.401	0.40	1.27

表 57 锡元素的精密度和加标回收试验结果

试样牌号	锡元素名义含量/%	试料量/g	谱线/nm	精密度试验		
				测定结果/%	平均值/%	RSD/%
合成样 2#	0.15	0.10	Sn242.170	0.145, 0.153, 0.152, 0.145, 0.152, 0.156, 0.159, 0.149, 0.152, 0.153, 0.152	0.15	2.74
TA19	2.0	0.10	Sn242.170	2.014, 2.038, 2.028, 2.047, 2.017, 2.026, 2.027, 2.031, 2.028, 2.036, 2.032	2.03	0.45
TA32	3.5	0.10	Sn242.170	3.491, 3.483, 3.506, 3.537, 3.498, 3.488, 3.519, 3.512, 3.497, 3.489, 3.523	3.50	0.49
合成样 11# (TA32 +8.0Sn)	11.5	0.10	Sn242.170	11.578, 11.496, 11.387, 11.521, 11.651, 11.542, 11.579, 11.568, 11.478, 11.511, 11.492	11.53	0.60

表 58 钒元素的精密度和加标回收试验结果

试样 牌号	钒元素名 义含量/%	试料 量/g	谱线/nm	精密度试验		
				测定结果/%	平均值 /%	RSD/%
合成 样 2#	0.15	0.10	V292.402	0.153,0.151,0.156,0.152,0.146,0.149,0.145, 0.152,0.149,0.148,0.152	0.15	2.15
TA11	1.0	0.10	V292.402	1.026,1.017,1.020, 1.017, 0.998, 1.031, 1.011, 1.012, 1.023, 1.017, 1.019	1.02	0.85
TB2	5.0	0.10	V292.402	4.956,4.925,4.970, 4.988, 4.925, 4.988, 4.903, 4.947, 4.938, 4.961, 4.976	4.95	0.56
TB6	10.0	0.10	V292.402	10.561, 10.494, 10.489, 10.433, 10.451, 10.268, 10.456, 10.542, 10.374, 10.483, 10.509	10.46	0.78
TB5	15.0	0.10	V292.402	13.773, 13.518, 13.717, 13.791, 13.703, 13.736, 13.759, 13.636, 13.744, 13.691, 13.717	13.71	0.55

表 59 锆元素的精密度和加标回收试验结果

试样 牌号	锆元素名 义含量/%	试料 量/g	谱线/nm	精密度试验		
				测定结果/%	平均值 /%	RSD/%
合成 样 2#	0.15	0.10	Zr343.823	0.151,0.150,0.157,0.151,0.146,0.152,0.144,0.14 9 ,0.152,0.153,0.149	0.15	2.31
TA22	1.0	0.10	Zr343.823	0.706,0.706,0.709,0.716,0.714,0.703,0.714,0.70 6, 0.713,0.704,0.708	0.71	0.64
TA19	4.0	0.10	Zr343.823	4.080,4.056,4.093,4.085,4.094,4.060,4.139,4.07 6, 4.083,4.069,4.084	4.08	0.54
TC26	13.0	0.10	Zr343.823	13.112,13.144,13.078,13.112,13.158,13.226,13. 024,13.287,13.324,13.119,13.087	13.15	0.70

3.10 一验加标回收试验结果

西安汉唐分析检测有限公司作为第一验证单位，对本方法进行加标回收试验，试验结果见表 60。

表 60 方法一验加标回收试验结果

元素	试样牌号	名义成分	试料量/g	谱线/nm	平均值/%	加标回收试验		
						加入量/%	测得量/%	回收率/%
Al	Ti2AlNb	10.0	0.10	Al394.401	10.23	4.00	14.274	101.1
Cu	TC10	0.50	0.10	Cu324.752	0.779	0.50	1.276	99.4
	TA13	2.5	0.10	Cu324.752	2.530	2.00	4.449	96.0
Er	合成样 1#	0.010	0.10	Er369.265	0.0101	0.010	0.0101	101.00
	合成样 2#	0.15	0.10	Er369.265	0.150	0.15	0.150	100.00
Fe	TA32	杂质	0.10	Fe238.204	0.0116	0.010	0.0227	111.00
Hf	Zr47	1.0	0.10	Hf232.247	1.024	0.80	1.833	101.1
Nd	合成样 8#	0.010	0.10	Nd410.946	0.0102	0.010	0.0102	102.00
	合成样 9#	0.15	0.10	Nd410.946	0.148	0.15	0.48	98.7
	TA12	1.0	0.10	Nd410.946	0.730	1.50	0.149	99.93
Si	TA19	0.08	0.10	Si288.158	0.0967	0.10	0.197	100.3
	TA32	0.30	0.10	Si288.158	0.285	0.20	0.481	98.0
Ta	Ti65	1.90	0.10	Ta240.063	1.893	0.50	2.386	98.6
W	Ti65	0.80	0.10	W207.912	0.773	1.50	2.305	102.00

3.11 主要实验(或验证)的分析结果

宝鸡钛业股份有限公司实验中心(A)为起草单位,西安汉唐分析检测有限公司(B)为第一验证单位,陕西亿创钛锆检测有限公司(C)、承德天大钒业有限责任公司(D)、新疆湘润新材料科技有限公司(E)、国标(北京)检验认证有限公司(F)、宝鸡钛谷新材料检测技术中心有限公司(G)、攀钢集团攀枝花钢铁研究院有限公司(H)、国核锆铪理化检测有限公司(I)均为第二验证单位,按照GB/T 6379.2-2004《测量方法与结果的准确度》的要求对各家验证数据分别按照重复性和再现性的公式进行计算,得到重复性限和再现性限。各家具体数据见表61~表85。通过引用GB/T 4698系列标准中的原数据见表47~59和本次各家单位验证的数据,计算得出各元素不同含量的重复性限和再现性限。重复性限见表86,再现性限见表87。

表 61 Al 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 6		水平 7	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.0102	0.0005	10.270	0.073	14.270	0.097
B	0.0103	0.0004	10.230	0.066	14.265	0.078
C	0.0102	0.0003	10.276	0.071	14.265	0.082
D	0.0099	0.0004	10.219	0.083	14.251	0.088
E	0.0099	0.0003	10.224	0.073	14.235	0.109
F	0.0098	0.0006	10.210	0.091	14.209	0.050
G	0.0102	0.0003	10.203	0.043	14.209	0.050
H	0.0110	0.0005	10.302	0.069	14.129	0.130
I	0.0103	0.0003	10.174	0.035	14.205	0.079

表 62 Bi 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 2	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.0198	0.0010	0.150	0.003
B	0.0200	0.0009	0.148	0.005
C	0.0196	0.0011	0.151	0.003
D	0.0199	0.0009	0.150	0.003
E	0.0196	0.0009	0.147	0.002
F	0.0201	0.0006	0.147	0.005
G	0.0198	0.0009	0.151	0.003
H	0.0204	0.0012	0.148	0.002
I	0.0198	0.0012	0.151	0.003

表 63 Co 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 2	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.0102	0.0005	0.150	0.003
B	0.0102	0.0006	0.152	0.006
C	0.0101	0.0001	0.150	0.003
D	0.0101	0.0005	0.150	0.002
E	0.0104	0.0004	0.150	0.002
F	0.0096	0.0005	0.151	0.004
G	0.0101	0.0003	0.151	0.003

H	0.0103	0.0002	0.153	0.003
I	0.0102	0.0004	0.151	0.005

表 64 Cr 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 6	
	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A	0.0102	0.0003	18.018	0.054
B	0.0103	0.0004	18.040	0.021
C	0.0100	0.0001	17.990	0.051
D	0.0101	0.0003	18.033	0.080
E	0.0103	0.0004	18.056	0.013
F	0.0103	0.0003	18.061	0.077
G	0.0102	0.0003	18.011	0.054
H	0.0106	0.0002	18.011	0.141
I	0.0102	0.0003	18.015	0.051

表 65 Cu 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 2		水平 3		水平 4		水平 5	
	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A	0.0103	0.0004	0.151	0.005	0.774	0.005	2.473	0.012	4.475	0.021
B	0.0103	0.0004	0.146	0.005	0.779	0.008	2.530	0.014	4.508	0.023
C	0.0099	0.0002	0.150	0.003	0.774	0.006	2.475	0.012	4.476	0.011
D	0.0100	0.0002	0.150	0.002	0.779	0.010	2.489	0.013	4.486	0.025
E	0.0104	0.0002	0.145	0.002	0.792	0.005	2.520	0.024	4.478	0.032
F	0.0102	0.0004	0.150	0.006	0.774	0.009	2.556	0.078	4.537	0.068
G	0.0102	0.0003	0.150	0.004	0.771	0.005	2.459	0.008	4.461	0.009
H	0.0103	0.0002	0.153	0.002	0.765	0.016	2.426	0.014	4.443	0.035
I	0.0102	0.0003	0.149	0.004	0.769	0.005	2.459	0.008	4.462	0.006

表 66 Er 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 2	
	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A	0.0102	0.0003	0.1502	0.0018
B	0.0101	0.0002	0.1499	0.0029
C	0.0103	0.0003	0.1505	0.0027
D	0.0101	0.0003	0.1501	0.0015
E	0.0104	0.0002	0.1514	0.0031
F	0.0101	0.0003	0.1502	0.0031
G	0.0101	0.0002	0.1497	0.0017
H	0.0109	0.0002	0.1599	0.0024
I	0.0101	0.0002	0.1500	0.0031

表 67 Fe 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 6	
	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A	0.0121	0.0004	4.347	0.071
B	0.0116	0.0009	4.357	0.039

C	0.0120	0.0003	4.372	0.049
D	0.0118	0.0005	4.374	0.047
E	0.0109	0.0002	4.441	0.095
F	0.0120	0.0005	4.396	0.044
G	0.0119	0.0003	4.344	0.018
H	0.0102	0.0006	4.317	0.031
I	0.0119	0.0003	4.344	0.018

表 68 Hf 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 2		水平 3		水平 4	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.0102	0.0004	0.1506	0.0031	1.029	0.004	1.831	0.008
B	0.0102	0.0004	0.1509	0.0067	1.024	0.009	1.830	0.008
C	0.0101	0.0002	0.1504	0.0025	1.030	0.006	1.839	0.016
D	0.0100	0.0001	0.1493	0.0017	1.043	0.016	1.831	0.025
E	0.0104	0.0004	0.1467	0.0040	1.048	0.004	1.825	0.015
F	0.0102	0.0003	0.1493	0.0040	1.027	0.006	1.795	0.022
G	0.0099	0.0002	0.1490	0.0029	1.021	0.005	1.823	0.006
H	0.0103	0.0004	0.1530	0.0022	1.010	0.006	1.801	0.014
I	0.0099	0.0002	0.1487	0.0029	1.020	0.005	1.823	0.005

表 69 Mn 元素验证数据

试验单位	水平 1		/	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.00201	0.00004	/	/
B	0.00199	0.00008	/	/
C	0.00202	0.00004	/	/
D	0.00200	0.00007	/	/
E	0.00198	0.00005	/	/
F	0.00198	0.00005	/	/
G	0.00199	0.00005	/	/
H	0.00196	0.00008	/	/
I	0.00199	0.00005	/	/

表 70 Mg 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 2	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.00202	0.00008	0.1500	0.0066
B	0.00201	0.00006	0.1512	0.0022
C	0.00201	0.00001	0.1497	0.0016
D	0.00199	0.00010	0.1469	0.0043
E	0.00196	0.00009	0.1505	0.0027
F	0.00203	0.00007	0.1512	0.0030
G	0.00204	0.00004	0.1521	0.0023
H	0.00215	0.00008	0.1510	0.0028
I	0.00203	0.00005	0.1506	0.0031

表 71 Mo 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 7	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.0104	0.0005	31.955	0.170
B	0.0105	0.0004	31.882	0.140
C	0.0106	0.0005	31.956	0.099
D	0.0104	0.0005	31.919	0.159
E	0.0105	0.0005	31.973	0.150
F	0.0102	0.0004	32.070	0.238
G	0.0102	0.0004	31.834	0.140
H	0.0104	0.0003	31.905	0.115
I	0.0101	0.0002	31.862	0.114

表 72 Nb 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 7	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.0101	0.0003	45.831	0.207
B	0.0104	0.0004	46.315	0.163
C	0.0099	0.0004	45.814	0.264
D	0.0101	0.0001	45.920	0.207
E	0.0102	0.0004	45.617	0.219
F	0.0102	0.0005	45.443	0.210
G	0.0101	0.0003	45.808	0.121
H	0.0114	0.0003	45.920	0.211
I	0.0100	0.0002	45.808	0.121

表 73 Nd 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 2		水平 3		水平 4	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.0102	0.0003	0.1498	0.0021	0.735	0.005	2.228	0.007
B	0.0102	0.0003	0.1488	0.0042	0.730	0.007	2.229	0.008
C	0.0103	0.0003	0.1504	0.0034	0.736	0.005	2.226	0.007
D	0.0101	0.0002	0.1504	0.0017	0.738	0.009	2.217	0.013
E	0.0104	0.0004	0.1496	0.0016	0.742	0.004	2.236	0.008
F	0.0103	0.0004	0.1507	0.0028	0.723	0.011	2.234	0.022
G	0.0101	0.0003	0.1490	0.0022	0.731	0.006	2.224	0.004
H	0.0103	0.0006	0.1504	0.0030	0.752	0.011	2.248	0.015
I	0.0100	0.0003	0.1496	0.0032	0.731	0.005	2.224	0.006

表 74 Mn 元素验证数据

试验单位	水平 1		/	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.00202	0.00005	/	/
B	0.00202	0.00014	/	/
C	0.00202	0.00006	/	/
D	0.00201	0.00007	/	/

E	0.00204	0.00004	/	/
F	0.00203	0.00008	/	/
G	0.00207	0.00007	/	/
H	0.00202	0.00010	/	/
I	0.00207	0.00007	/	/

表 75 Pb 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 2	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.0201	0.0010	0.1490	0.0055
B	0.0201	0.0015	0.1509	0.0068
C	0.0200	0.0008	0.1500	0.0038
D	0.0200	0.0009	0.1497	0.0017
E	0.0189	0.0007	0.1451	0.0057
F	0.0201	0.0005	0.1496	0.0049
G	0.0193	0.0011	0.1478	0.0056
H	0.0207	0.0007	0.1512	0.0047
I	0.0194	0.0011	0.1467	0.0070

表 76 Pd 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 4	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.0102	0.0002	0.432	0.003
B	0.0104	0.0006	0.432	0.008
C	0.0104	0.0005	0.432	0.003
D	0.0133	0.0001	0.432	0.006
E	0.0102	0.0003	0.421	0.003
F	0.0104	0.0004	0.423	0.007
G	0.0100	0.0002	0.431	0.004
H	0.0103	0.0006	0.425	0.004
I	0.0100	0.0002	0.432	0.006

表 77 Ru 元素验证数据

试验单位	水平 1		/	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.0102	0.0002	/	/
B	0.0102	0.0003	/	/
C	0.0098	0.0004	/	/
D	0.0102	0.0002	/	/
E	0.0105	0.0003	/	/
F	0.0103	0.0004	/	/
G	0.0104	0.0003	/	/
H	0.0101	0.0002	/	/
I	0.0104	0.0003	/	/

表 78 Si 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 2		水平 3		水平 4	
	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A	0.0201	0.0004	0.0964	0.0009	0.283	0.008	0.484	0.007
B	0.0200	0.0009	0.0967	0.0012	0.285	0.006	0.481	0.005
C	0.0197	0.0007	0.0967	0.0008	0.281	0.006	0.487	0.006
D	0.0200	0.0003	0.0986	0.0011	/	/	0.487	0.008
E	0.0203	0.0002	0.0803	0.0025	0.282	0.006	0.480	0.010
F	0.0206	0.0004	0.0813	0.0010	0.291	0.004	0.491	0.008
G	0.0201	0.0004	0.0957	0.0009	0.291	0.005	0.488	0.007
H	0.0213	0.0008	0.0925	0.0029	0.291	0.003	0.484	0.010
I	0.0201	0.0006	0.0958	0.0008	0.292	0.006	0.488	0.008

表 79 Sn 元素验证数据

试验单位	水平 1		/	
	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A	0.0201	0.0006	/	/
B	0.0200	0.0007	/	/
C	0.0200	0.0007	/	/
D	0.0201	0.0003	/	/
E	0.0202	0.0004	/	/
F	0.0201	0.0006	/	/
G	0.0198	0.0007	/	/
H	0.0206	0.0005	/	/
I	0.0199	0.0008	/	/

表 80 Ta 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 3		水平 4		水平 5	
	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A	0.0102	0.0004	0.400	0.005	1.892	0.023	2.402	0.017
B	0.0104	0.0006	0.410	0.008	1.893	0.010	2.386	0.013
C	0.0100	0.0004	0.401	0.003	1.896	0.016	2.401	0.011
D	0.0101	0.0004	0.406	0.005	1.894	0.021	2.401	0.018
E	0.0105	0.0004	0.436	0.006	1.970	0.015	2.397	0.013
F	0.0103	0.0003	0.400	0.002	1.913	0.007	2.413	0.010
G	0.0104	0.0003	0.402	0.004	1.919	0.006	2.421	0.007
H	0.0109	0.0004	0.420	0.004	1.922	0.011	2.439	0.014
I	0.0104	0.0003	0.403	0.005	1.920	0.006	2.422	0.009

表 81 V 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 6	
	$\bar{X}\%$	s%	$\bar{X}\%$	s%
A	0.0102	0.0003	28.696	0.159
B	0.0097	0.0007	28.660	0.174
C	0.0100	0.0001	28.722	0.128
D	0.0100	0.0002	28.796	0.112

E	0.0104	0.0002	28.498	0.207
F	0.0101	0.0002	28.305	0.343
G	0.0100	0.0002	28.730	0.089
H	0.0104	0.0002	28.645	0.228
I	0.0100	0.0002	28.741	0.070

表 82 W 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 3		水平 4		水平 5	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.0101	0.00014	0.151	0.003	0.772	0.021	2.302	0.009
B	0.0102	0.0006	0.151	0.007	0.773	0.013	2.305	0.020
C	0.0099	0.0004	0.150	0.002	0.775	0.010	2.303	0.008
D	0.0101	0.0001	0.150	0.001	0.780	0.012	2.304	0.017
E	0.0104	0.0002	0.149	0.003	0.782	0.008	2.303	0.009
F	0.0103	0.0003	0.150	0.003	0.782	0.012	2.304	0.006
G	0.0102	0.0003	0.150	0.003	0.768	0.008	2.276	0.018
H	0.0100	0.0006	0.145	0.005	0.745	0.010	2.276	0.009
I	0.0103	0.0003	0.147	0.006	0.766	0.008	2.275	0.021

表 83 Y 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 1	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.00100	0.00002	0.150	0.002
B	0.00101	0.00005	0.148	0.005
C	0.00103	0.00003	0.150	0.002
D	0.00100	0.00003	0.150	0.002
E	0.00104	0.00002	0.151	0.004
F	0.00099	0.00004	0.149	0.003
G	0.00102	0.00003	0.150	0.002
H	0.00107	0.00004	0.144	0.005
I	0.00103	0.00006	0.151	0.005

表 84 Zn 元素验证数据

试验单位	水平 1		水平 1	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.00200	0.00005	0.151	0.003
B	0.00206	0.00011	0.150	0.006
C	0.00194	0.00007	0.150	0.003
D	0.00200	0.00005	0.150	0.002
E	0.00198	0.00005	0.153	0.003
F	0.00202	0.00004	0.152	0.003
G	0.00201	0.00003	0.150	0.002
H	0.00201	0.00010	0.145	0.002
I	0.00200	0.00009	0.150	0.007

表 85 Zr 元素验证数据

试验单位	水平 1		/	
	$\bar{x}\%$	s%	$\bar{x}\%$	s%
A	0.0103	0.0005	/	/
B	0.0106	0.0006	/	/
C	0.0100	0.0001	/	/
D	0.0102	0.0003	/	/
E	0.0105	0.0002	/	/
F	0.0106	0.0006	/	/
G	0.0105	0.0005	/	/
H	0.0101	0.0002	/	/
I	0.0104	0.0006	/	/

表 86 重复性限 (r)

元素	w %	r %	元素	w %	r %
Al	0.010	0.002	Cr	0.15	0.02
	0.15	0.02		1.01	0.06
	1.20	0.03		2.84	0.07
	1.80	0.06		8.04	0.18
	6.23	0.16		18.04	0.20
	10.21	0.20		Cu	0.010
	14.27	0.28	0.15		0.02
B	0.0021	0.0003	0.78		0.03
	0.0050	0.0004	2.53	0.09	
	0.15	0.02	4.51	0.09	
Bi	0.020	0.003	Er	0.010	0.001
	0.15	0.01		0.15	0.01
Co	0.010	0.002	Fe	0.012	0.002
	0.15	0.02		0.069	0.007
Fe	0.069	0.007	Ni	0.50	0.05
	0.21	0.03		0.83	0.06
	1.01	0.05		1.85	0.06
	1.86	0.10	Pb	0.020	0.003
	4.35	0.15		0.15	0.02
Hf	0.010	0.001	Pd	0.011	0.002
	0.15	0.02		0.057	0.005
	1.02	0.03		0.13	0.02
	1.83	0.05		0.43	0.02
Mg	0.0020	0.0002	Ru	0.010	0.001
	0.15	0.02		0.40	0.04
Mn	0.0020	0.0002	Si	0.020	0.002

	0.15	0.02		0.094	0.005	
	1.01	0.05		0.18	0.02	
	1.74	0.07		0.29	0.02	
	2.74	0.08		0.48	0.03	
Mo	0.010	0.002	Sn	0.020	0.002	
	0.15	0.02		0.15	0.02	
	0.35	0.03		2.03	0.04	
	1.08	0.04		3.50	0.10	
	4.88	0.13		11.54	0.42	
	15.27	0.35		0.010	0.002	
	31.93	0.44	Ta	0.15	0.02	
Nb	0.010	0.001		0.41	0.04	
	0.15	0.02		1.91	0.04	
	0.39	0.02		2.41	0.05	
	2.83	0.10		V	0.010	0.001
	7.03	0.20			0.15	0.02
	13.15	0.26			1.02	0.05
	45.83	0.56	4.97		0.09	
Nd	0.010	0.002	10.41		0.25	
	0.15	0.01	21.39		0.40	
	0.74	0.03	28.77		0.53	
	2.23	0.04	W	0.010	0.001	
Ni	0.0020	0.0002		0.15	0.02	
	0.0040	0.0006		0.77	0.04	
	0.15	0.02		1.04	0.04	
W	1.52	0.05	Zr	0.010	0.002	
	2.29	0.06		0.15	0.02	
Y	0.0010	0.0002		0.72	0.03	
	0.15	0.01		4.06	0.10	
Zn	0.0020	0.0002		13.13	0.26	
	0.15	0.02		/	/	

表 87 再现性限 (R)

元素	w %	R %	元素	w %	R %
Al	0.010	0.002	Fe	0.21	0.05
	0.15	0.02		1.01	0.08
	1.20	0.04		1.86	0.16
	1.80	0.08		4.35	0.18
	6.23	0.24	Hf	0.010	0.002
10.21	0.30	0.15		0.02	

	14.27	0.36		1.02	0.04
B	0.0021	0.0004	Mg	1.83	0.06
	0.0050	0.0005		0.0020	0.0003
	0.15	0.02		0.15	0.02
Bi	0.020	0.003	Mn	0.0020	0.0003
	0.15	0.02		0.15	0.02
Co	0.010	0.002		1.01	0.09
	0.15	0.02		1.74	0.10
Cr	0.010	0.001		2.74	0.14
	0.15	0.02	Mo	0.010	0.002
	1.01	0.07		0.15	0.02
	2.84	0.09		0.35	0.05
	8.04	0.25		1.08	0.08
	18.04	0.37		4.88	0.16
15.27	0.49				
Cu	0.010	0.001	Nb	31.93	0.51
	0.15	0.02		0.010	0.002
	0.78	0.04		0.15	0.02
	2.53	0.12		0.39	0.06
	4.51	0.14		2.83	0.17
Er	0.010	0.002	Ta	7.03	0.28
	0.15	0.02		13.15	0.32
Fe	0.012	0.003		45.83	0.86
	0.069	0.011		0.010	0.002
Nd	0.010	0.002	V	0.15	0.02
	0.15	0.02		0.41	0.04
	0.74	0.04		1.91	0.06
	2.23	0.04		2.41	0.08
Ni	0.0020	0.0004	W	0.010	0.002
	0.0040	0.0009		0.15	0.02
	0.15	0.02		1.02	0.05
	0.50	0.09		4.97	0.12
	0.83	0.11		10.41	0.37
	1.85	0.14		21.39	0.45
Pb	0.020	0.003	28.77	0.66	
	0.15	0.02	0.010	0.002	
Pd	0.011	0.004	W	0.15	0.02
	0.057	0.009		0.77	0.05
	0.13	0.03		1.04	0.05
	0.43	0.04			

Ru	0.010	0.002		1.52	0.06
	0.40	0.06		2.29	0.09
Si	0.020	0.003	Y	0.0010	0.0002
	0.094	0.015		0.15	0.02
	0.18	0.02	Zn	0.0020	0.0003
	0.29	0.02		0.15	0.02
	0.48	0.03		0.010	0.002
Sn	0.020	0.002	Zr	0.15	0.02
	0.15	0.02		0.72	0.04
	2.03	0.10		4.06	0.14
	3.50	0.14		13.13	0.37
	11.54	0.47	/	/	/

四、标准水平分析

五、标准中涉及专利的情况

本文件不涉及专利问题。

六、预期达到的社会效益等情况

6.1 标准的必要性

本标准中采用电感耦合等离子体原子发射光谱法对钛及钛合金中合金及杂质元素含量进行测定，国内实验室普遍具备此设备能力；在方法中明确了试剂及材料、仪器软硬件参数、试样规格和称取量、检测流程和具体步骤等规定，保证标准能准确实施和执行，确保了检测数据一致性；并且该方法流程简短、操作方便，提高了检测效率。经过调研，充分考虑钛产品当前和预期检测的需要，检测范围涵盖了当前钛产品中需检测的对应范围。

因此制定钛及钛合金合金及杂质元素化学分析方法国家标准，准确测定钛及钛合金中合金及杂质元素含量，对推动钛材生产规模化、简单化起到非常关键的作用。

本文件采用电感耦合等离子体原子发射光谱法测定钛及钛合金中合金及杂质元素，方法稳定、灵敏度更高，检测范围涵盖了当前钛产品中需检测的对应范围。充分满足了现阶段生产和科研的检测要求。

6.2 标准的预期作用

本文件规范了钛及钛合金中合金及杂质元素的测定，有利于整个行业分水平的提升，为钛材大规模生产提供了保证。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。

七、采用国际标准和国外先进标准的情况

7.1 采用国际标准和国外先进标准的程度

国外 ASTM E2371《钛及钛合金化学分析方法 直流电弧和电感耦合等离子体原子发射光谱法》中的方法不能完全满足现有国标 GB/T 3620.1-2016 的检测需求。

7.2 国际、国外同类标准水平的对比分析

经查，国外无相同类型的国际标准。

7.3 与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

无

八、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。

九、重大分歧意见的处理和依据

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。

十、标准作为强制性或推荐性国家（或行业）标准的建议

建议该标准为推荐性国家标准。

十一、贯彻标准的要求和措施建议

首先应在实施前保证标准文本的充足供应，使每个生产企业以及检测机构等都能及时获取本标准文本，这是保证新标准贯彻实施的基础。本项目制定的《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 27 部分：合金和杂质元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》与生产企业及检测机构等息息相关。对于标准使用过程中容易出现的疑问，起草单位有义务进行必要的解释。可以针对标准使用的不同对象，有侧重点地进行标准的培训和宣贯，以保证标准的贯彻实施。建议本标准批准发布 6 个月后实施。

十二、废止现有有关标准的建议

本文件为修订文件，替代 GB/T4698.27-2017《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 27 部分：钛量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》。

十三、其他应予说明的事项

本标准充分考虑了国内钛产品当前及预期对合金和杂质元素含量的测定需求。通过本标准的实施，将进一步规范钛中合金和杂质元素量的分析检验工作，提高检测精度，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益，可以积极向生产厂家及国内外用户推荐采用本标准。

标准讨论稿意见汇总处理表

标准项目名称：《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 27 部分：合金及杂质元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》

承办人：罗策

共 2 页 第 1 页

标准项目负责起草单位：宝钛集团有限公司
宝鸡钛业股份有限公司

电话/传真：0917-3382239

2026 年 03 月 09 日填写

序号	标准章节编号	意见内容	提出单位	处理意见	备注
1	封面	将“GB/T 4698.27—202×” 建议修改为“GB/T 4698.27—202×代替GB/T 4698.27-2017”。		采纳	
2	1 范围中的“表 1 各元素的测定范围”	“Al 元素上限 15%”建议修改为“Al 元素上限 40%”。		采纳	
3	2 规范性引用文件	在规范性引用文件中建议加入“海绵钛、钛及钛合金化学成分分析取制样方法”。		采纳	
4	6 表 2 各元素推荐分析谱线	Si元素分析谱线建议加入紫外区分析谱线。		采纳	
5	7 样品	建议核查海绵钛、钛及钛合金取制样标准，建议修改为“按照已颁布的 GB/T 2524、GB/T 31981 等制取样标准进行”。		采纳	
6	8.3 分析试液的制备	根据溶解方式的使用频次对溶样顺序进行调整，建议将溶样方法I及溶样方法II对调顺序。		采纳	
7	8.4.2 实物标准样品制备的工作曲线溶液	“选择与试料基体一致、待测元素质量分数呈梯度变化的一系列实物标准样品（5.9），”建议修改为“也可以采用与试料基体一致、待测元素质量分数呈梯度变化的一系列实物标准样品（5.9），”。		采纳	
8	8.5 测定	“选择与待测元素含量相近的系列工作曲线溶液（8.4）”及“按表 2 推荐的波长处测定系列校准溶液（8.4）”。建议修改为“选择与待测元素含量相近的系列工作曲线溶液（8.4.1 或 8.4.2）”及“按表 2 推荐的波长处测定系列校准溶液（8.4.1 或 8.4.2）”。		采纳	

标准讨论稿意见汇总处理表

标准项目名称：《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 27 部分：合金及杂质元素的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法》

承办人：罗策

共 2 页 第 2 页

标准项目负责起草单位：宝钛集团有限公司
宝鸡钛业股份有限公司

电话/传真：0917-3382239

2026 年 03 月 09 日填写

序号	标准章节编号	意见内容	提出单位	处理意见	备注
9	8.5 测定	“确保各元素工作曲线线性相关系数 $r \geq 0.999$ 。”建议修改为“确保各元素工作曲线线性相关系数 r 不小于 0.999 。”		采纳	
10	9 试验数据处理	“当测定结果小于 0.10% 时，结果保留两位有效数字；”建议修改为“当测定结果小于 0.10% 时，B和Y结果保留至小数点后四位，其他元素结果保留至小数点后三位；”		采纳	