



中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.22—202×

代替GB/T 4698.22—2017

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第22部分：铌含量的测定 5-Br-PADAP 分光光度法

Methods for chemical analysis of titanium sponge ,titanium and titanium alloys—
Part 22: Determination of niobium content—
5-Br-PADAP spectrophotometry

（送审稿）

××××-××-××发布

××××-××-××实施

国家市场监督管理总局
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22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；
- 铁量的测定；
- 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：铬含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 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 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 碳量的测定；
- 氢量的测定；
- 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：锰、铬、镍、铝、钼、锡、钒、钇、铜和锆量的测定 原子发射光谱法；
- 第22部分：铌含量的测定 5-Br-PADAP 分光光度法；
- 第23部分：钨含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法；
- 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：氯含量的测定 氯化银分光光度法；
- 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：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；
- 第29部分：铝、碳、铬、铜、铁、锰、钼、镍、硅、锡、钒、锆含量的测定 光电直读光谱法。

本部分为 GB/T 4698 的第22部分。

本部分代替 GB/T 4698.22—2017《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》。

本部分与 GB/T 4698.22—2017 相比主要变化如下：

- 删除了电感耦合等离子体原子发射光谱法（见第1章，2017年版第3章）；
- 修改了测定范围“0.10%~3.20%”为“0.10%~3.50%”（见第1章，2017年版的第1章）；
- 增加了“规范性引用文件”（见第2章）；
- 增加了“术语和定义”（见第3章）；

- 修改了 EDTA 溶液和硫酸的加入量，EDTA 溶液的加入量由 2 mL 改为 1 mL；硫酸加入量由 3 mL 改为 5 mL（见第 8 章，2017 年版的第 2 章）；
- 修改了冷却方式，由“流水冷却”改为“自然冷却 20 min”（见第 8 章，2017 年版的第 2 章）；
- 修改了工作曲线的绘制（见第 8 章，2017 年版的第 2 章）；
- 增加了数据修约要求（见第 9 章）。
- 增加了“附录 A”。

请注意本部分的某些内容可能涉及专利。本部分的发布机构不承担识别专利的责任。

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/TC243）归口。

本部分起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、宝鸡钛业股份有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、宁夏东方钽业股份有限公司、西安中钛华测检测技术有限公司、攀钢集团研究院有限公司、陕西天成先进材料实验室有限公司、浙江创欣新材料有限公司。

本部分主要起草人：郭姣姣、朱江凯、张小燕、牛嘉楠、刘婷、黄葡英、李亚琴、刘厚勇、田媛、冯雪艳、黄双。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- 1996年首次发布为GB/T 4698.22—1996；
- 2017年第一次修订为GB/T 4698.22—2017；
- 本次为第二次修订。

引 言

钛及钛合金具有比强度高、耐腐蚀、耐高温以及良好的综合工艺性能，在现代工业及科学技术领域内日益成为引人瞩目的材料，在航天、航空、石油、化工、轻工、冶金、机械、能源等众多部门得到广泛应用。为落实“国家标准化发展纲要”，深化标准化改革创新，优化存量标准结构，以着力提升标准质量效益，并统筹标准制定与实施，将 GB/T 4698.22—2017《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》进行修订。

GB/T 4698《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法》由29部分构成。本文件为第22部分：

- 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。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质谱法。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：铬含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法。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 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。目的在于确立碳含量的测定方法。
- 第15部分：氢量的测定。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：钼量的测定 硫氰酸盐示差分光光度法。目的在于确立钼含量的测定方法。
- 第21部分：锰、铬、镍、铝、钼、锡、钒、钇、铜和锆量的测定 原子发射光谱法。目的在于确立合金元素的测定方法。
- 第22部分：铌含量的测定 5-Br-PADAP 分光光度法。目的在于确立铌含量的测定方法。
- 第23部分：钡含量的测定 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。目的在于确立钡含量的测定方法。
- 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：氯含量的测定 氯化银分光光度法。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。目的在于确立钽和钨含量的测定方法。
- 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。目的在于确立合金及杂质元素含量的测定方法。
- 第 29 部分：铝、碳、铬、铜、铁、锰、钼、镍、硅、锡、钒、锆含量的测定 光电直读光谱法。目的在于确立合金及杂质元素含量的测定方法。

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 22 部分：铌含量的测定

5-Br-PADAP 分光光度法

1 范围

本文件描述了 5-Br-PADAP 分光光度法测定海绵钛、钛及钛合金中铌含量的方法。
本文件适用于海绵钛、钛及钛合金中铌含量的测定。测定范围：0.10%~3.50%。

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 2524 海绵钛
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
GB/T 31981 钛及钛合金化学成分分析取制样方法

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，于分光光度计波长 610 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的铌量。

5 试剂或材料

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂。

- 5.1 水，GB/T 6682，二级。
- 5.2 硝酸 ($\rho=1.42$ g/mL)。
- 5.3 硫酸 (1+1)。
- 5.4 酒石酸溶液 (240 g/L)。
- 5.5 酒石酸溶液 (60 g/L)。
- 5.6 氨水 (1+1)。
- 5.7 硫酸 (5+95)。

- 5.8 EDTA (C₁₀H₁₄N₂O₈Na₂·2H₂O) 溶液 (100 g/L)。称取所需 EDTA, 加入水, 加热溶解, 冷却至室温。
- 5.9 5-Br-PADAP (2- (5-溴-2-吡啶偶氮) -5-二乙氨基苯酚) 乙醇溶液 (0.3 g/L), 避光保存。
- 5.10 钛基体溶液 (0.5 mg/mL): 称取 0.10 g 金属钛 ($\omega_{\text{Ti}} \geq 99.95\%$, $\omega_{\text{Nb}} < 0.001\%$) 于 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL 硫酸 (5.3) 加热溶解, 滴加硝酸 (5.2) 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。
- 5.11 铌标准贮存溶液 (1.0 mg/mL): 称取 0.7153 g 五氧化二铌 ($\omega_{\text{Nb}_2\text{O}_5} \geq 99.95\%$) 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。若使用市售铌标准溶液, 需以酒石酸溶液 (100 g/L) 为介质进行稀释。
- 5.12 铌标准溶液 (10 µg/mL): 移取 10.00 mL 铌标准贮存溶液 (5.11), 置于 1000 mL 容量瓶中, 以酒石酸溶液 (5.5) 稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 10 µg 铌。
- 5.13 对硝基酚溶液 (1 g/L)。

6 仪器设备

分光光度计。

7 样品

取制样按照 GB/T 2524、GB/T 31981 的规定执行。

8 试验步骤

8.1 试料

按表 1 称取样品 (7), 精确至 0.0001 g。

表 1 称取试样量

铌的质量分数 %	试料量 g
0.10~1.50	0.10
>1.50~3.50	0.05

8.2 空白试验

随同试料称取相同量纯钛做空白试验。

8.3 测定

- 8.3.1 将试料 (8.1) 置于 100 mL 烧杯中, 加入 10 mL 硫酸 (5.3), 低温加热使试样完全溶解, 滴加硝酸 (5.2) 至溶液紫色消失, 继续加热至溶液刚刚冒硫酸烟, 冷却。加入约 30 mL 水, 混匀、冷却。移入预先加入 50 mL 酒石酸溶液 (5.4) 的 200 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。
- 8.3.2 分取 5.00 mL 溶液 (8.3.1) 于 50 mL 容量瓶中, 加入 1.0 mL 酒石酸溶液 (5.5), 混匀。
- 8.3.3 滴加 1 滴对硝基酚溶液 (5.13), 滴加氨水 (5.6) 至溶液恰变为黄色, 再滴加硫酸 (5.7) 至溶液黄色恰好消失。

8.3.4 加入 1.0 mL EDTA 溶液 (5.8)、5.0 mL 硫酸 (5.7)，加水至约 40 mL，准确加入 5.0 mL 5-Br-PADAP 乙醇溶液 (5.9)，用水稀释至刻度，混匀。

8.3.5 将容量瓶置于沸水浴中加热 10 min，取出，自然冷却 20 min。

8.3.6 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中，以随同试样的空白溶液为参比，于分光光度计波长 610 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上查出相应的铌量。

8.4 工作曲线的绘制

8.4.1 移取 0 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、4.50 mL 铌标准溶液 (5.12)，分别置于一组 50 mL 容量瓶中，依次补加 6.0 mL、5.5 mL、5.0 mL、4.0 mL、3.0 mL、2.5 mL、2.0 mL 酒石酸溶液 (5.5)，各加入与分取试样溶液相当的钛基体溶液 (5.10)，混匀，以下按 8.3.3~8.3.5 进行。

8.4.2 将部分溶液移入 1 cm 比色皿中，以工作曲线零点为参比，测量溶液的吸光度，以铌量为横坐标，吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

9 试验数据处理

铌含量以铌的质量分数 ω_{Nb} 计，按式 (1) 计算：

$$w_{Nb} = \frac{m_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——从工作曲线上查得的铌的质量，单位为微克 (μg)；

V_0 ——试液总体积，单位为毫升 (mL)；

V_1 ——分取试液体积，单位为毫升 (mL)；

m_0 ——试料的质量，单位为克 (g)。

计算结果表示到小数点后两位，数据修约按 GB/T 8170 的规定执行。

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，在表2给出的平均值范围内，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) 的情况不超过5%，重复性限 (r) 按表2数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录A。

表 2 重复性限

元素	水平范围 %	重复性限 r %
Nb	0.1~3.50	$r=0.0205\omega_{Nb}+0.022$

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，在表3给出的平均值范围内，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3数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据参见附录A。

表 3 再现性限

元素	水平范围 %	再现性限 R %
Nb	0.1~3.50	$R=0.0285\omega_{Nb}+0.034$

11 试验报告

试验报告至少给出以下内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 分析结果及其表示；
- 与基本分析步骤的差异；
- 测定中观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A.1

（资料性）

从实验室间试验结果得到的统计数据

各实验室对 4 个不同水平的样品进行共同试验，每个实验室对每个水平在重复性条件下独立测定 7 次。数据统计结果见表 A.1。

表 A.1 各实验室不同水平精密度数据

实验水平	实验室代码	实验室测定结果/%						
		1	2	3	4	5	6	7
样品 1#-TA32	1	0.505	0.504	0.493	0.498	0.496	0.503	0.509
	2	0.493	0.497	0.500	0.500	0.500	0.500	0.500
	3	0.487	0.509	0.534	0.496	0.541	0.503	0.474
	4	0.487	0.482	0.491	0.499	0.502	0.496	0.502
	5	0.490	0.495	0.505	0.502	0.496	0.510	0.508
	6	0.654	0.644	0.635	0.680	0.661	0.677	0.660
	7	0.482	0.492	0.499	0.434	0.486	0.474	0.477
	8	0.503	0.509	0.502	0.497	0.501	0.507	0.493
样品 2#-TC12	1	0.968	0.983	0.976	0.99	0.995	0.969	0.987
	2	0.940	0.928	0.940	0.948	0.937	0.951	0.950
	3	0.975	0.943	0.982	0.979	0.959	0.924	0.931
	4	0.981	0.984	0.99	0.998	0.996	1.001	0.989
	5	0.969	0.979	0.985	0.982	0.956	0.979	0.985
	6	1.053	1.055	1.034	1.109	1.112	1.110	1.087
	7	0.991	1.03	1.02	1.02	0.989	0.992	0.983
	8	0.995	0.987	0.981	0.971	0.993	0.969	0.986
样品 3#-TC21	1	2.175	2.185	2.146	2.182	2.196	2.187	2.157
	2	1.985	1.998	1.965	2.003	1.976	2.002	2.065
	3	2.112	2.145	2.12	2.167	2.189	2.171	2.134
	4	2.169	2.18	2.19	2.195	2.208	2.201	2.198
	5	2.165	2.158	2.196	2.148	2.166	2.178	2.184
	6	2.145	2.174	2.173	2.079	2.113	2.198	2.147
	7	2.25	2.20	2.15	2.26	2.24	2.18	2.26
	8	2.175	2.178	2.146	2.147	2.196	2.179	2.174
样品 4#-TA31	1	3.423	3.491	3.413	3.501	3.471	3.527	3.474
	2	3.500	3.498	3.500	3.506	3.501	3.500	3.500
	3	3.443	3.482	3.512	3.504	3.467	3.494	3.461
	4	3.467	3.49	3.485	3.478	3.489	3.479	3.492
	5	3.469	3.493	3.554	3.489	3.496	3.501	3.499
	6	3.529	3.454	3.474	3.594	3.564	3.533	3.525
	7	3.41	3.42	3.32	3.39	3.41	3.41	3.45
	8	3.492	3.513	3.469	3.487	3.485	3.531	3.524
