

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

第 23 部分：钪含量的测定

氯化亚锡-碘化钾分光光度法

编

制

说

明

（送审稿）

西安汉唐分析检测有限公司

2026 年 6 月

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

第 23 部分：钪含量的测定

氯化亚锡-碘化钾分光光度法

编制说明

一、工作简况

（一）任务来源

根据国家标准化管理委员会《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 23 部分：钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法》的主编单位为西安汉唐分析检测有限公司，归口单位为全国有色金属标准化技术委员会，项目计划编号 20253832-T-610，项目周期为 16 个月，计划完成年限为 2026 年 12 月。

（二）修订背景

近几年，全球及中国钛合金产业在航空航天、医疗等高端需求的强劲拉动下，整体呈现出蓬勃发展的态势。中国作为钛合金生产大国，产业正经历从“量”的扩张到“质”的提升的关键转型期。全球钛合金市场规模在 2024 年约为 545.1 亿元，预计到 2031 年将增长至约 815.1 亿元，期间年复合增长率（CAGR）约为 6.0%。中国市场表现尤为突出，2024 年钛加工材产量达到 17.2 万吨，同比增长 8.18%，约占全球总产量的 65%，已成为全球最大的钛材生产国和消费国。在钛合金中添加少量钪元素可以提高其在盐酸、硫酸等还原性酸中的耐腐蚀性。含钪元素的钛合金主要包括 TA8、TA9、TA25、TB9、TC22，钪元素含量在 0.04%~0.30% 之间。但钪有较强的吸氢能力，含量过高容易吸氢，会使钛合金铸件产生氢脆从而造成沿晶断裂。故准确测定并严格控制钪元素含量对保证钛合金综合性能具有较强的现实意义。

现行测定钪元素的方法标准为 GB/T 4698.23—2017《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 23 部分：钪含量的测定 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》。其中，方法一 氯化亚锡-碘化钾分光光度法测定范围为 0.05%~0.50%。该方法测定下限不能满足 GB/T 3620.1—2016《钛及钛合金牌号和化学成分》中部分钛合金牌号对钪元素的测定要求，如 TA8 和 TA25 钪元素化学成分含量范围为 0.04%~0.08%。此外，根据客户实际要求，对于制造含钪钛合金的原料纯钛，也要求测试其钪含量。

因此需要对本方法的测定范围进行修订，以满足各类型产品的检测需求。修订后的测定范围为 0.010%~0.50%。另外，GB/T 4698.23—2017 中的方法二，电感耦合等离子体原子发射光谱法，将在修订时与其他 ICP-AES 法进行合并。

（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、宝鸡钛业股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、金堆城钼业股份有限公司、陕西美鑫产业投资有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、洛阳船舶材料研究所（中国船舶集团有限公司第七二五研究所）。

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，对钛及钛合金中钪含量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，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。宝鸡钛业股份有限公司、宁夏中色金航钛业有限公司完成试验样品的准备；宝鸡钛业股份有限公司为一验单位，主要负责对试验方案中的条件试验进行验证，提供精密度和准确度测试数据，并对标准文本提出修改意见和建议；国标（北京）检验认证有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、金堆城钼业股份有限公司、陕西美鑫产业投资有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、宁夏中色金航钛业有限公司、洛阳船舶材料研究所（中国船舶集团有限公司第七二五研究所）为二验单位，主要负责提供精密密度试验数据，并对标准文本提出修改意见和建议。

西安汉唐分析检测有限公司是西北有色金属研究院控股的国有检验检测机构。是我国最早开展稀有金属材料分析检测与评价研究的专业机构,先后承担了研制载人航天、大飞机等多种关键金属材料及制品的检测任务,是稀有金属材料检测领域的国家级平台和权威仲裁机构,是中国有色金属工业西北质量监督检验中心、国家新材料测试评价平台西安区域中心(筹)、工业(稀有金属)产品质量和技术评价实验室、国家标准样品定点研制单位、陕西省有色金属材料产业计量测试中心等 20 多个创新平台的依托单位。

宝鸡钛业股份有限公司是宝钛集团于 1999 年 7 月 21 日成立的专门从事钛产业板块的上市公司(股票代码: 600456), 钛材产量世界第一, 综合实力居全球钛行业前三位。"宝钛股份"构建了从海绵钛制备, 到熔炼, 加工, 深加工的全产业链, 使我国成为全球第四个拥有完整钛工业体系的国家, 产品远销 50 多个国家和地区, 是波音, 空客等国际知名宇航公司的合作伙伴, 是世界钛工业的重要组成部分, 引领宝鸡建成全球规模最大的钛产业集群。主导制定国内钛领域标准 110 多项, 全面支撑了我国航空, 航天, 海洋和民用等多领域用钛需要。

国标(北京)检验认证有限公司运营管理着国家有色金属及电子材料分析测试中心和国家有色金属质量监督检验中心, 拥有一支基础理论扎实、实践经验丰富的研究和服务队伍, 自 2004 年至今共承担了国家科技支撑计划、国家 863 计划、国家自然科学基金、军工配套等省部级科技项目 40 余项; 曾获国家科技进步奖 6 项, 国家发明奖 3 项, 省部级科技进步一等奖 10 项, 二、三等奖 107 项; 近 5 年获得国家发明专利 20 余项; 负责和参加起草制订分析方法国家标准、行业标准 300 余项; 国家标准物质/标准样品 120 个, 在国内外科技期刊上发表论文 800 余篇, 撰写论著 22 部。

深圳市中金岭南有色金属股份有限公司拥有国家级技术中心, 设立了“博士后科研工作站”、“院士工作站”。公司为国家高新技术企业, 拥有享受国务院特殊津贴的专家共 19 人。多年来, 公司共获得省部级以上科技奖励超 100 项, 其中国家级奖励 13 项; 科技进步一等奖二项、二等奖七项、三等奖三项, 技术发明二等奖一项。目前, 持有自行研究开发所获得的专利近两百项, 其中有效发明专利 48 项。公司旗下有 8 大实验室, 分别为中金岭南韶冶、中金岭南丹冶、中金岭南凡口矿, 中金岭南环保公司、山东中金岭南、中金岭南科技公司、广西中金岭南矿业、中金岭南华加日实验室, 前 4 个实验室都有 CNAS 资格, 环保公司和凡口矿同时具备 CMA 资质。实验室配备了目前世界上最为高端的诸多精密分析仪器, 拥有 ICP-AES、ICP-MS、X 射线荧光光谱仪、电子探针、光电直读光谱、原子荧光、原子吸收、分光光度计、高频红外碳硫分析仪等多套设备。具有优良的科研传统和较强的研究能力, 开发的分析方法上百种, 主导或参与制定过近百项国家标准和行业标准。

金堆城钼业股份有限公司是全球钼行业有影响力的专业供应商, 为国际钼协会执行理事单位、中国有色金属工业协会钼业分会会长单位, 获“中国钼业之都”称号。公司 2007 年由金堆城钼业集团联合太钢集团等发起设立, 2008 年 4 月在上交所上市(股票代码: 601958), 是 A 股首家钼产业上市公司, 注册资本 32.27 亿元, 总部位于西安高新区。公司生产基地分布于陕西、河南、山东、香港等地, 主营钼冶金炉料、化学化工、金属加工三大系列二十余种钼产品, 应用于钢铁、石化、航空航天、军工、生物医药等领域。作为亚洲最大钼工业生产与科研基地, 其钼产品产销量与市场份额居国内首位。公司拥有国家级企业技术中心、省级钼材料工程技术研究中心及博士后科研工作站, 主办行业期刊《中国钼业》, 在高纯钼粉等深加工领域具备研发生产能力。旗下质量管理中心是国内唯一钼全产业链检测机构, 拥有五大实验室, 检测与校准能力行业领先, 致力于打造全球一流钼检测机构, 助力钼资源高效利用与行业发展。

陕西美鑫产业投资有限公司质检计量中心位于陕西省铜川市董家河工业园区, 是陕西有色金属控股集团旗下的陕西美鑫产业投资有限公司辅助单位之一, 承担着保障产品质量、指导生产工艺的关键职能, 中心拥有国内领先的多元素检测能力, 业务范围覆盖铝、铁、镁、钛等有色金属相关品类, 以及煤炭、预焙阳极等上下游原料与产品。中心配备 Avio 200 电感耦合等离子发射光谱、布鲁克 S8 Tiger X 射线荧光光谱仪、赛默飞 3460 直读光谱仪等大型先进精密设备, 可见分光光度计、紫外-可见分光光度计、气相色谱仪、原子吸收等常用分析设备, 结合中心化学方法与物理性能检测能力, 形成“精准、高效、环保”的检测体系。

广东省科学院工业分析检测中心为公益二类独立法人事业单位, 隶属广东省科学院, 是我国南方地区矿产、冶金、化工、环保、再生资源、新材料、电子电器等领域知名的综合性检验检测机构。中心拥有国家矿物及再生金属材料质量监督检验中心、中国有色金属工业华南产品质量监督检验中心、广东省质量监督有色金属产品检验站、广东省质量监督电子产品检验站、IEC 电工产品安全认证体系(IECEE)安全实验室等国家级、省级检测资质及国际电工产品安全认证体系检测实验室。中心实验室面积 8000 平方米, 检测技术完备, 设备配套齐全, 拥有透射电镜、扫描电镜、电子探针、X-射线衍射仪、质谱仪、等离子发射光谱仪、氮氧测定仪、碳硫测定仪、疲劳试验机、摩擦磨损试验机等仪器设备 700 余台套。

洛阳船舶材料研究所（中国船舶集团有限公司第七二五研究所）始建于1961年，是我国专业从事船舶材料研制和工程应用研究的科研事业单位。拥有8个国家级创新平台、4个海洋环境试验站、4个国家级检测试验中心、25个省部级创新平台。七二五所检测中心是工信部、国家认监委、国家认可委、中国船级社等机构授权或认证认可的国家级检测实验室，现有技术人员200余名，工程师职称以上人员占比70%，本科以上学历人员占比79%，在材料常规理化测试、腐蚀与防护性能评价、环境适应性评价、工程装备的失效分析、安全寿命评估等领域拥有多名学科带头人，是材料学科硕士、博士培养点。中心建有实验场所3万余平方米，实验海域75亩，测试设备1000余台套，设备资产总额约3亿元，通过CNAS\CMA认证认可标准950余项，试验/校准项目600项，长期从事金属材料及非金属材料的检测、评价与海洋环境试验技术开发、应用与标准化工作，致力于为客户提供“测试-评价-问题解决”一揽子方案。

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：赵欢娟、胡暕月、张小燕。赵欢娟负责试验的设计、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；胡暕月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。

其他参与人员有常丽、卢思瑜、刘雅甜、姚惠君、柴玉青、王佶莹、丘秋雨、张毅，均为验证单位的试验人员，参与标准修订过程中的协同验证工作。

（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23部分：钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法》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23部分：钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法》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20253832-T-610，项目周期为18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23部分：钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法》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。一验单位为宝鸡钛业股份有限公司，二验单位为国标（北京）检验认证有限公司、深圳市中金岭南有色金属股份有限公司、金堆城钼业股份有限公司、陕西美鑫产业投资有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、洛阳船舶材料研究所（中国船舶集团有限公司第七二五研究所）。

（2）样品收集及试验研究

2025年4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、宝钛集团有限公司根据市场上含钪元素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5月~10月,西安汉唐分析检测有限公司开展了大量的系统性试验研究,包括样品的称量和溶解试验研究、酸度试验、测定波长的确定、试剂用量的选择、显色时间的选择、基体及合金元素干扰、方法检出限和定量限的试验研究等,形成《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第23部分:钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法》讨论稿和研究报告。

(3) 试验验证

2026年2月10日,西安汉唐分析检测有限公司将《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第23部分:钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法》讨论稿、研究报告和验证样品寄给宝鸡钛业股份有限公司,开展方法系列条件试验、检出限、定量限、精密度的试验验证。根据一验单位的反馈意见和建议,优化试验步骤,完善《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第23部分:钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法》讨论稿和研究报告。

2026年3月17日,西安汉唐分析检测有限公司将优化的《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第23部分:钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法》讨论稿、研究报告和验证样品寄给其他各二验单位,开展验证工作。4月至6月陆续收到各验证单位的验证报告及反馈意见,将意见汇总处理,对精密度数据进行统计和分析,进一步优化和完善《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第23部分:钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法》试验步骤、讨论稿和编制说明。

(4) 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23部分:钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法》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、金堆城钼业股份有限公司、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。编制单位对《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第23部分:钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法》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。根据各单位提出的宝贵意见和建议,会后编制组进行意见汇总并对意见稿和编制说明进行认真修改、补充和完善。

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制定《钛及钛合金化学分析方法》调研表等形式对《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第23部分:钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法》征询意见。

(2) 标准征求意见会议

2026年3月18日~20日,全国稀有金属标准化技术委员稀有金属分标委在绍兴召开《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第23部分:钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法》标准预审会。来自有色金属技术经济研究院有限责任公司、宝钛集团有限公司、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、洛阳船舶材料研究所、西部超导材料科技股份有限公司、攀钢集团研究院有限公司、金堆城钼业股份有限公司、承德天大钒业有限责任公司、宁夏中色金航钛业有限公司、新疆湘润新材料科技有限公司、洛阳双瑞万基钛业有限公司、浙江创欣新材料有限公司、西安中钛华测检测技术有限公司等30余名代表参会。编制单位对《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第23部分:钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法》的预审稿、编制说明、意见汇总表等技术文件进行了汇报,与会专家代表对本标准文件进行了认真审查、讨论,并提出了宝贵意见。根据会议精神,标准编制组对征求意见稿和编制说明进行了认真修改、补充、完善。

发送《征求意见稿》的单位数18个,收到《征求意见稿》后,回函的单位数共12个,回函并有建议或意见的单位数4个,没有回函的单位数5个。根据回函意见,经编制组认真分析和讨论,对《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第23部分:钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法》的预审稿、编制说明进一步修改和完善。

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

纯钛中添加少量钪元素可以提高其在盐酸、硫酸等还原性酸中的耐腐蚀性。含钪的钛合金主要有 TA8、TA9、TA25、TB9、TC22，钪含量在 0.04%~0.30%不等。针对海绵钛、钛及钛合金中钪含量的测定，国内标准为 GB/T 4698.23—2017《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 23 部分：钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法和电感耦合等离子原子发射光谱法》。同时还有少量采用 EDTA 络合滴定法、火焰原子吸收法、X 荧光光谱法、火花直读光谱法等测定钛合金中钪量的文献报道。国外标准可查询到 ASTM E539，使用 X 荧光光谱法测定钛合金中钪量、ASTM E2371 采用电感耦合等离子原子发射光谱法测定钛合金中钪量。本标准为 GB/T 4698.23—2017 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钛及钛合金中钪含量的测定需求。

传统的氯化亚锡-碘化钾分光光度法作为仲裁方法，在设备成本，操作简便性和抗环境干扰性上都具有着不可忽视的优势，同时也为现代仪器分析提供了最基础的数据支撑，是数据链的“校准原点”。对该方法标准的修订充分体现了其先进性。

从战略的角度来说，目前我国的大量高端分析检测仪器（如 ICP-MS，GD-MS 等）高度依赖进口，针对目前动荡的国际局势，本标准此时的修订更是一种彰显“十五五规划”中提出的“底线思维”的行为，在我国面临技术封锁、断供和维修无响应等质检停摆的风险下，维护钛及钛合金基础检测能力和产业运转提供了一道可靠的产业安全护城河，保障了我国检测技术的独立自主性。

（三）适用性

本标准以满足我国海绵钛、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

氯化亚锡-碘化钾分光光度法测定海绵钛、钛及钛合金中钪含量最早是 1996 发布国家标准，距今已有三十年历史，随着科技生产水平的发展，对其含量的测定提出了更高的要求。本次整合修订主要是将 GB/T 4698.23—2017《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 23 部分：钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法和电感耦合等离子原子发射光谱法》的测定范围由 0.050%~0.50%拓展至 0.010%~0.50%。与项目建议书内容一致。

修订后的测定范围下限降低了，所以需要相关的试剂用量、试验步骤等重新进行试验确认。项目建议书初期计划通过调整称样量与稀释倍数来实现。后续实验发现，钪与氯化亚锡-碘化钾形成的蓝绿色络合物吸光度值较高。基于此现象，并参考洛阳船舶材料研究所（中国船舶集团第七二五研究所）的专业建议，最终确定了更为便捷、可靠的优化方案：按含量区间分段使用不同规格的比色皿。低含量区间采用 3cm 比色皿，高含量区间采用原标准的 1cm 比色皿。

删除了 GB/T 4698.23—2017 标准中电感耦合等离子体原子发射光谱法，增加了“规范性引用文件”和“术语和定义”。与项目建议书保持一致。

（二）测定范围

含钯的钛合金主要有 TA8、TA9、TA25、TB9、TC22，钯含量在 0.04%~0.30%不等。此外根据客户实际要求，用于制造钛钯合金的原料纯钛也要求测试其中钯含量。根据上述产品标准、行业实际生产、应用情况的需求，本标准将**钯的测定范围确定为 0.010%~0.50%**。

（三）样品称量与溶解

通过查阅相关文献及实验室相关工作经验，钛合金一般采用盐酸、氢氟酸混酸溶解，反应停止后，加入硝酸加热分解碳化物、氮化物，保证溶液清澈透亮。本试验确定的溶样方法为：称取一定质量的试料于 100mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 20 mL 盐酸（1+1），分次滴加氢氟酸至 0.5mL，盖上表面皿，低温加热溶解试料，待溶解反应停止，滴加硝酸至溶液清亮并过量 1 滴~2 滴，继续煮沸至试料完全溶解，冷却。溶解时应注意。（一）氢氟酸用量尽量少，保证样品溶解完全即可；（二）滴加硝酸至溶液清亮并过量 1 滴~2 滴即可，此外，由于硝酸是强氧化性酸，为了防止后续与氯化亚锡发生氧化还原反应，影响显色过程，应继续煮沸至试料完全溶解且硝酸分解。

一验单位与主编单位的试验结果一致。

（四）酸度的确定

取 50 μ gPd（50 μ g/mL 钯标准溶液移取 1.00mL）进行试验，加入不同量的盐酸，按试验方法 8.4.4 进行操作。通过试验表明，显色介质在盐酸用量为 0.5mL 时最大，随着盐酸用量的继续增加，吸光度值下降。当盐酸（1+1）用量在 0.5-1.0mL 之间吸光度值变化不大。因此为了提高显色的稳定性，实验中应控制盐酸用量的一致。

适当增加盐酸用量，可提高钯-氯化亚锡-碘化钾络合物的稳定性。本标准确定最终显色溶液中盐酸（1+1）含量约为 1.0mL。考虑到试料溶液加热造成的酸损失，**定容前统一补加 5mL 盐酸（1+1）**。

旧版标准要求转移定容前补加盐酸（1+1）至体积为 20mL，在烧杯中不易精准控制体积。修订后标准：补加 5mL 盐酸（1+1），更易操作。

表 1 酸度的影响

序号	盐酸（1+1）用量/mL	吸光度
1	0	0.432（溶液易发生水解）
2	0.5	0.565
3	1.0	0.554
4	1.5	0.475
5	2.0	0.431
6	2.5	0.376

一验单位的验证结果，证实了最终显色溶液中盐酸（1+1）用量为 1.0mL。

（五）测定波长的选择

钯与氯化亚锡和碘化钾在丙酮存在下，生产稳定的蓝绿色络合物，在 450-660nm 范围内进行波长扫描试验，结果见图 1。结果表明显色基团在波长为 592-597nm 之间，吸光度值最大且显色平稳，因此**确定最大吸收波长为 595nm，与旧版标准一致**。

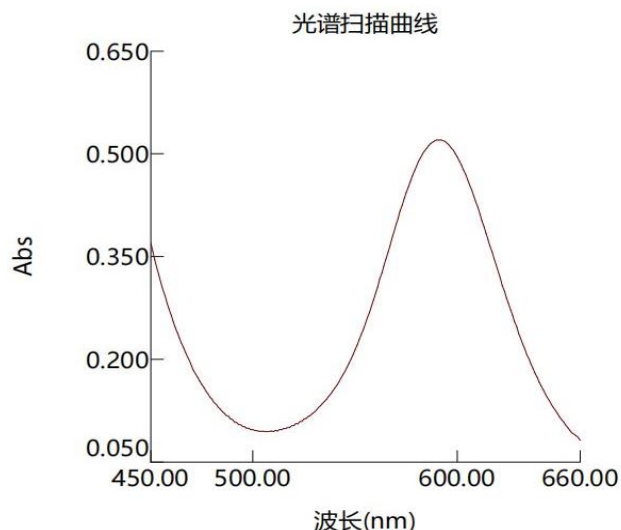


图 1 光谱扫描曲线

一验单位的验证结果，证实了显色基团在 585~595 nm 之间吸光度最大且显色平稳。

（六）氯化亚锡用量的选择

准确移取 50 μ g 钼标液于一系列 25mL 容量瓶内，按试验方法操作，加入不同量的氯化亚锡溶液，进行显色，测定其吸光度，结果见表 2。氯化亚锡用量在 1.5mL 以上即可完全显色，结果稳定，**本方法选择加入量为 1.5mL，与旧版标准一致。**

表 2 氯化亚锡用量的选择

加入量/mL	0	0.50	1.0	1.5	2.0	2.5
吸光度	0.036	0.502	0.571	0.577	0.563	0.546

一验单位的验证结果，证实了本方法氯化亚锡的加入量应为 1.5 mL。

（七）丙酮用量的选择

当无丙酮时，钼与氯化亚锡、碘化钾形成结晶沉淀。在碘化钾之前加入丙酮，可形成稳定的蓝绿色络合物。准确移取 50 μ g 钼标液于一系列 25mL 容量瓶内，按试验方法操作，加入不同量的丙酮，进行显色，测定其吸光度，结果见表 3。丙酮用量在 10mL，结果稳定，当丙酮用量增加到 14mL 以上，吸光度值有下降趋势，这是因为丙酮浓度增大产生的增溶增敏作用。本方法**选择加入量为 10.0mL，与旧版标准一致。**

钼与氯化亚锡和碘化钾生成蓝绿色沉淀，当加入碘化钾之前先加入丙酮，则会形成一种蓝绿色透明溶液。丙酮是一种中等极性的非质子溶剂，其溶剂化与分散化作用，能够改变体系的溶剂环境，从而形成稳定的透明络合物溶液。试验还尝试了乙醇作为溶剂，加入乙醇后溶液显色不明显，不适合本次试验。

表 3 丙酮用量的影响

加入量/mL	4	6	8	10	12	14	16
吸光度	0.113	0.339	0.505	0.570	0.553	0.451	0.387

一验单位的验证结果，证实了本方法丙酮的加入量应为 10.0 mL。

（八）碘化钾用量的选择

准确移取 50 μ g 钼标液于一系列 25mL 容量瓶内，按试验方法操作，加入不同量的碘化钾溶液，进行显色，测定其吸光度，结果见表 4。结果表明，碘化钾和氯化亚锡同时参与了络合反应，并与钼形成了多种络合物。当碘化钾用量在 7.0mL 以上即可完全显色，本方法**选择加入量为 7.0mL，与旧版标准一致。**

表 4 碘化钾用量的影响

加入量/mL	4	5	6	7	8	9
吸光度	0.434	0.497	0.567	0.584	0.580	0.591

一验单位的验证结果，证实了本方法碘化钾的加入量应为 7.0 mL。

（九）显色时间的选择

准确移取 50 μ g 钼标准溶液于一系列 25mL 容量瓶内，按试验方法进行操作，在室温放置显色。结果表明，在室温放置 20min 可显色完全，且保持 20min，与旧版标准一致。

表 5 显色时间的影响

显色时间/min	10	20	30	40	50	60
吸光度	0.534	0.565	0.570	0.569	0.557	0.524

一验单位的验证结果，证实了选择室温放置 20 min 可保证显色完全且结果稳定。

（十）基体元素的干扰试验

分别配制含钛与不含钛的分析试液，各加入 10 μ g、50 μ g 钼标液，保持分析试液的酸度一致，按试验方法进行操作，结果见表 6。结果表明钛基体的存在对吸光度值影响不大，与旧版标准一致。

表 6 基体元素的干扰试验

钛含量/g	0	0.2
10 μ g	0.121	0.119
50 μ g	0.544	0.538

一验单位的验证结果表明含钛与不含钛试液的吸光度均无明显差异，钛基体的存在对钼的测定影响不大。

（十一）共存元素的干扰试验

含钼的钛合金，常见的有 TA8、TA9、TA25、TC22，除基体钛之外，共存元素还有 Fe、Al、V，如 TA25 成份，Ti-3.5AL-3.0V-0.08Pd；TC22 成份，Ti-6.75AL-4.5V-0.08Pd 等。

（1）单元素离子干扰试验

准确移取 50 μ g 钼标准溶液于一系列 25mL 容量瓶内，按表 7 依次加入一定量的单元素标液，保持分析试液的酸度一致，按试验方法进行操作，结果见表 7。

表 7 单元素干扰试验

元素	加入量/mg	吸光度
—	0	0.541
Fe	0.1	0.546
Fe	0.2	0.538
Al	1.5	0.534
Al	3.5	0.548
V	1.5	0.540
V	2.5	0.550

实验结果表明，单元素对钯含量的测定基本无影响。

(2) 共存元素干扰试验

准确移取 50 μ g 钯标准溶液于一系列 25mL 容量瓶内，按表 8 依次加入不同量的共存离子，保持分析试液的酸度一致，按试验方法进行操作，结果见表 8。

表 8 共存离子干扰试验

钯标准溶液	共存离子加入量	吸光度
50 μ g	—	0.541
50 μ g	0.1mgFe、1.5mgAl、1.5mgV	0.547
50 μ g	0.2mgFe、3.5mgAl、2.5mgV	0.552

实验结果表明，共存离子对钯含量的测定基本无影响。

一验单位的验证结果，证实了共存离子对钯的测定基本无影响。

(十二) 工作曲线的绘制

如表 9~10 和图 2~3 所示，为绘制工作曲线。工作曲线 A 的测定范围为 0.010 %~0.20 %，使用 3cm 比色皿，将 Pd 的测定范围下限降低至 0.010%；工作曲线 B 的测定范围为 0.20 %~0.50 %，与原版标准一致，使用 1cm 比色皿。曲线的相关系数均大于 0.998，能满足分析检测的需要。

表 9 工作曲线 A

钯量/ μ g	0	1	3	6	10	15	20
吸光度	0.000	0.047	0.105	0.208	0.342	0.511	0.667

表 10 工作曲线 B

钯量/ μ g	0	10	20	30	40	50
吸光度	0.000	0.104	0.213	0.319	0.407	0.531

工作曲线A

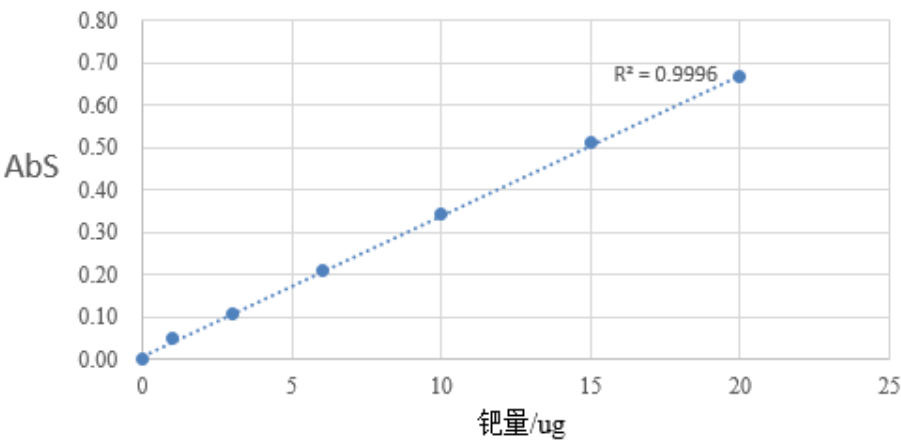


图 2 工作曲线 A

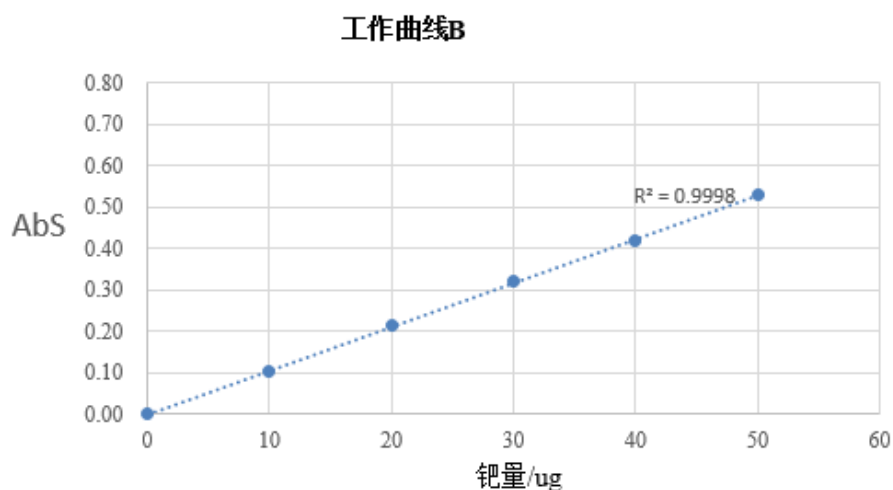


图 3 工作曲线 B

一验单位与主编单位的试验结果一致。

(十三) 方法检出限和测定下限

测定 11 次空白溶液，计算标准偏差，以 3 倍标准偏差对应的浓度为检出限，以 10 倍标准偏差对应的浓度作为定量下限，计算结果见表 11。以 0.20g 计，定量下限为 0.0043%，可满足测定要求。

表 11 仪器检出限和定量下限

分析元素	检出限/%	定量下限/%
Pd	0.0013	0.0043

一验单位的定量下限为 0.0047%，证实了该方法的定量下限满足钯的测定要求。

(十四) 精密度试验

1. 主编单位的精密度试验

由于含钯的钛合金在实际生产中应用较少（添加钯导致原料溢价过高，有更经济材料替代方案）当前钛合金行业较常应用以 TA8、TA9 为主，其中 Pd 含量约为 0.04%、0.07%、0.14%。其他梯度的样品使用模拟样的形式进行精密度试验。配制的模拟样 1#（Pd 含量 0.30%）：称取 0.20g 纯钛，准确加入 0.60mL 的 1000 μg/mL 钯标液，按照方法要求进行样品溶解和试验；配制的模拟样 2#（Pd 含量 0.45%）：称取 0.20g 纯钛，准确加入 0.90mL 的 1000 μg/mL 钯标液，按照方法要求进行样品溶解和试验。精密度试验结果见表 12。

表 12 起草单位精密度

样品编号	质量分数/(n=7)							平均值/%	RSD/%
TA8G	0.0462	0.0438	0.0476	0.0445	0.0451	0.0465	0.0457	0.0456	2.81
TA8	0.0668	0.0686	0.0645	0.0663	0.0695	0.0652	0.0678	0.0670	2.69
TA9	0.1322	0.1368	0.1346	0.1329	0.1381	0.1329	0.1350	0.1346	1.63
模拟样 1#	0.3012	0.2974	0.3038	0.3022	0.2951	0.2963	0.2987	0.2992	1.08
模拟样 2#	0.4520	0.4446	0.4511	0.4517	0.4494	0.4476	0.4452	0.4488	0.68

采用格拉布斯检验方法，对表 12 数据进行异常值情况分析，结果见表 13。

表 13 不同钬含量水平样品分析结果异常值分析

样品编号	$\bar{x}/\%$	标准偏差 S/%	G ₇	G _{7'}	舍弃界限值 n=7, $\alpha=0.05$	结论
TA8G	0.0456	0.001283	1.40	1.56	1.938	无异常值
TA8	0.0670	0.001801	1.39	1.39	1.938	无异常值
TA9	0.1346	0.002190	1.10	1.60	1.938	无异常值
模拟样 1#	0.2992	0.003237	1.27	1.42	1.938	无异常值
模拟样 2#	0.4488	0.003064	1.37	1.04	1.938	无异常值

根据格拉布斯检验方法，查表得：n=7， $\alpha=0.05$ 时，舍弃界限值为 1.938。由表 13 数据可知不同钬含量水平样品的 7 次测定数据无异常值，表明该方法重复性好，精密度高。

2. 验证单位的精密度试验

按照标准方法，8 个实验室对钛合金样品进行五个水平的精密度试验，实验室代码见表 14。

表 14 实验室代码

代码	实验室名称	代码	实验室名称
1	西安汉唐分析检测有限公司	5	金堆城钼业股份有限公司
2	宝鸡钛业股份有限公司	6	陕西美鑫产业投资有限公司
3	国标（北京）检验认证有限公司	7	广东省科学院工业分析检测中心
4	深圳市中金岭南有色金属股份有限公司	8	洛阳船舶材料研究所（中国船舶集团有限公司第七二五研究所）

每个实验室对 TA8G、TA8、TA9、模拟样 1#、模拟样 2# 共 5 个样品平行 7 次测定钬元素含量，原始数据见表 15。在对原始测定数据进行柯克伦检验及格拉布斯检验，剔除离群值后，进行精密度数据计算，从而确定重复性限和再现性限。

表 15 各实验室数据统计

水平	实验室	质量分数/%						
		1	2	3	4	5	6	7
1	1	0.0462	0.0438	0.0476	0.0445	0.0451	0.0465	0.0457
	2	0.0485	0.0477	0.0442	0.0450	0.0467	0.0459	0.0475
	3	0.0456	0.0441	0.0474	0.0450	0.0468	0.0463	0.0451
	4	0.046	0.045	0.045	0.045	0.045	0.046	0.046
	5	0.0462	0.0449	0.0471	0.0448	0.0462	0.0455	0.0477
	6	0.0487	0.0471	0.0510	0.0482	0.0513	0.0494	0.0488
	7	0.0417	0.0420	0.0428	0.0433	0.0456	0.0461	0.0432
	8	0.0475	0.0445	0.0472	0.0445	0.0463	0.0464	0.0450
2	1	0.0668	0.0686	0.0645	0.0663	0.0695	0.0652	0.0678
	2	0.0693	0.0649	0.0633	0.0701	0.0677	0.0664	0.0672
	3	0.0687	0.0665	0.0672	0.0662	0.0673	0.0670	0.0661
	4	0.072	0.075	0.076	0.073	0.068	0.070	0.068

水平	实验室	质量分数/%						
		1	2	3	4	5	6	7
	5	0.0639	0.0661	0.0657	0.0641	0.0652	0.0661	0.0654
	6	0.0646	0.0683	0.0696	0.0713	0.0690	0.0656	0.0720
	7	0.0680	0.0683	0.0655	0.0640	0.0670	0.0671	0.0641
	8	0.0649	0.0654	0.0678	0.0655	0.0668	0.0666	0.0643
3	1	0.1322	0.1368	0.1346	0.1329	0.1381	0.1329	0.1350
	2	0.1305	0.1328	0.1311	0.1339	0.1301	0.1332	0.1316
	3	0.1339	0.1349	0.1346	0.1341	0.1334	0.1352	0.1347
	4	0.138	0.136	0.136	0.132	0.137	0.131	0.140
	5	0.1285	0.1311	0.1324	0.1358	0.1299	0.1315	0.1329
	6	0.1352	0.1338	0.1399	0.1382	0.1315	0.1352	0.1345
	7	0.1319	0.1357	0.1329	0.1295	0.1346	0.1440	0.1460
	8	0.1290	0.1343	0.1350	0.1330	0.1311	0.1321	0.1304
4	1	0.3012	0.2974	0.3038	0.3022	0.2951	0.2963	0.2987
	2	0.2961	0.2916	0.2995	0.2929	0.2912	0.3013	0.3049
	4	0.302	0.302	0.306	0.298	0.303	0.292	0.298
	5	0.3122	0.3095	0.3065	0.3051	0.3145	0.3076	0.3146
	6	0.2966	0.2983	0.2947	0.3025	0.3012	0.2969	0.3031
	7	0.2890	0.2900	0.3020	0.3050	0.2992	0.2948	0.3017
	8	0.3016	0.3041	0.2982	0.3022	0.2998	0.3039	0.2955
5	1	0.4520	0.4446	0.4511	0.4517	0.4494	0.4476	0.4452
	2	0.4546	0.4533	0.4421	0.4429	0.4528	0.4462	0.4451
	4	0.449	0.451	0.444	0.434	0.446	0.436	0.451
	5	0.4389	0.4421	0.4369	0.4387	0.4433	0.4452	0.4488
	7	0.4580	0.4400	0.4450	0.4530	0.4488	0.4423	0.4497
	8	0.4576	0.4445	0.4531	0.4532	0.4521	0.4504	0.4482

3.测试结果的一致性检查

在图 4 和图 5 给出了计算得到的曼德尔 h 和 k 一致统计量的值，水平虚线表示曼德尔临界值相对应的临界线。

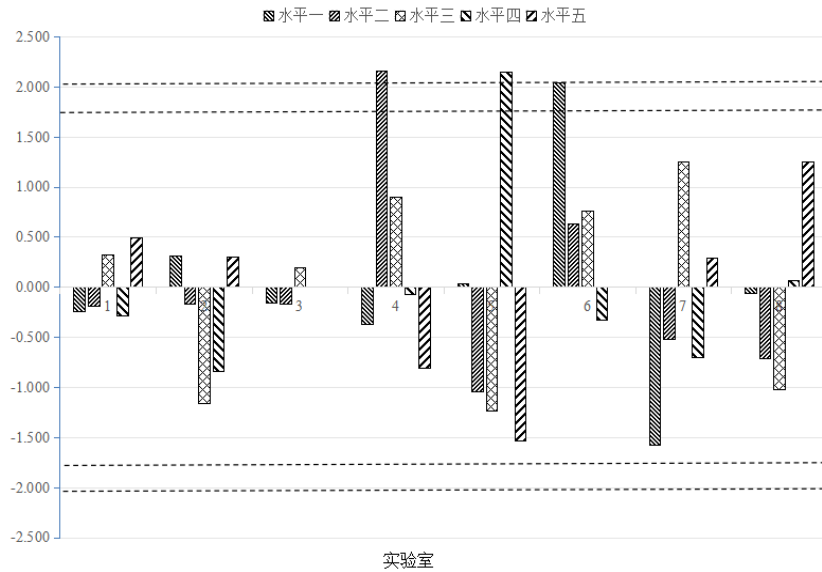


图 4 按实验室分组的实验室间一致性曼德尔统计量 h

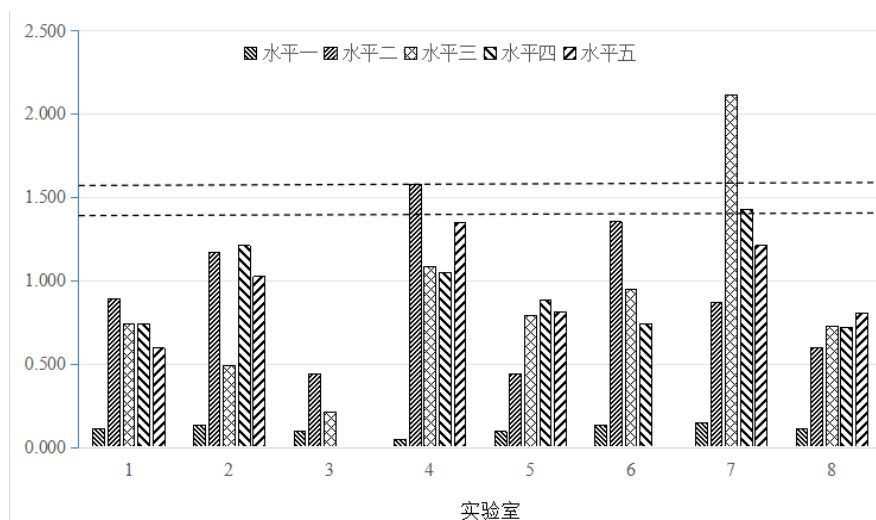


图 5 按实验室分组的实验室间一致性曼德尔统计量 k

h 图清晰地表示出实验室 4 在水平二的试验结果、实验室 5 在水平四的试验结果，均超过显著性水平为 1%时的临界值，在格拉布斯检验时需引起关注，来决定是保留还是剔除该实验室。

k 图显示了在实验室 7 在水平三的试验结果超过显著性水平为 1%时的临界值，内部变异较大，在柯克伦检验时持续关注，来决定是保留还是剔除该实验室。

4.测试结果的离群值检查

应用柯克伦检验得到下面结果。

测定次数 $n = 7$ ，实验室个数 $p = 8$ ，柯克伦检验 5%临界值为 0.3362，1%临界值为 0.3932。

在水平一，实验室 7 的 s 最大，检验统计量值为 0.2131，无岐离值和离群值。

在水平二，实验室 4 的 s 最大，检验统计量值为 0.3117，无岐离值和离群值。

在水平三，实验室 7 的 s 最大，检验统计量值为 0.5245，存在显著偏差，剔除该组数据。

在水平四，实验室 7 的 s 最大，检验统计量值为 0.2916，无岐离值和离群值。

在水平五，实验室 4 的 s 最大，检验统计量值为 0.3032，无岐离值和离群值。

将格拉布斯检验应用于单元平均值，得到下面结果。

表 16 对单元平均值的格拉布斯检验

水平	单个低值	单个高值
1	1.5778	2.047
2	1.0443	2.155*
3	1.2391	1.247*
4	0.8342	2.150*
5	1.5376	1.247*
5%临界值	2.126 ($p=8$)	2.126 ($p=8$)
1%临界值	2.274 ($p=8$)	2.274 ($p=8$)
*看作歧离值 **看作离群值		

由表 16 可知，单个高值有部分歧离值，结果均没有离群值，这些歧离值仍参与后续计算。

5. 总平均值和方差的计算

总平均值 $\bar{x}$ 、重复性标准差 S_r 、再现性标准差 S_R 的计算结果见表 17。

表 17 $\bar{x}$ 、 S_r 、 S_R 的计算值

水平	实验室个数 (P) 个	平均值 ($\bar{x}$) %	重复性标准差 (S_r) %	再现性标准差 (S_R) %
1	8	0.046	0.001299	0.001977
2	8	0.067	0.002026	0.002765
3	7	0.134	0.002246	0.002713
4	7	0.300	0.004359	0.005991
5	6	0.447	0.005152	0.005826

由表 17 可知，随着 x 值的加大标准差也在增加。

6. 重复性限和再现性限的计算

统计结果可接受的实验室个数、平均值、重复性标准差、再现性标准差等从实验室间试验结果得到的统计数据见表 18。

表 18 从实验室间试验结果得到的统计数据

水平	离群	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) /%	重复性限 (r) /%	再现性标准差 (S_R) /%	再现性限 (R) /%
1	/	8	56	0.046	0.001299	0.004	0.001977	0.006
2	/	8	56	0.067	0.002026	0.005	0.002765	0.007
3	7	7	49	0.134	0.002246	0.007	0.002713	0.009
4	/	7	49	0.300	0.004359	0.012	0.005991	0.016
5	/	6	42	0.447	0.005152	0.014	0.005826	0.018

根据表 18 的统计结果，绘制拟合关系图，见图 6。

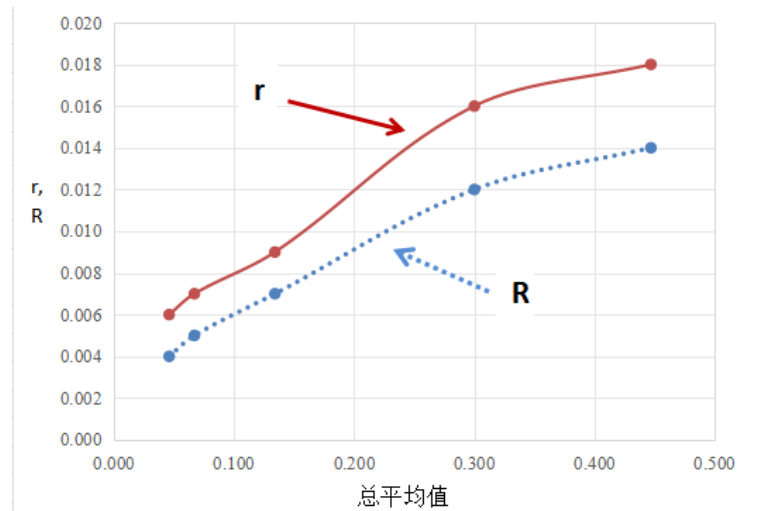


图 6 x、r、R 的拟合关系图

拟合关系为：

重复性限： $\lg r = 0.5615 \lg x - 1.6477$ ， $R^2=0.9962$ 。

再现性限： $\lg R = 0.5054 \lg x - 1.5624$ ， $R^2=0.9834$ 。

四、标准中涉及的专利情况

本文件不涉及专利问题。

五、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。铬作为钛合金中重要的 β 相稳定元素，其含量直接影响产品的疲劳周期和服役的安全性。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；同时测定范围的扩大使得该标准能够有效覆盖目前国内全部钛合金产品，减少了对进口检测标准的依赖性，完善升级了国家标准，提升了我国突发质量事件的应对能力，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、标准作为强制性或推荐性标准的建议

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、钛及钛合金中钪含量的测定，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 4698.23—2017 《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 23 部分：钪含量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法和电感耦合等离子原子发射光谱法》。

十三、其他应予说明的事项

无。