



中华人民共和国国家标准

GB/T 4698. 25—202X

代替GB/T 4698. 25—2017

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 25 部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法

Methods for chemical analysis of titanium sponge ,titanium and titanium alloys—

Part 25: Determination of chlorine content—

Silver chloride 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25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：钼含量的测定 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25部分。

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

本部分与 GB/T 4698.25—2017 相比主要变化如下：

- 修改了测定范围“0.010%~0.40%”为“0.010%~0.50%”（见第1章，2017年版第1章）；
- 增加了“规范性引用文件”（见第2章）
- 增加了“术语与定义”（见第3章）；

- 修改了“氢氟酸（1+4）”为“氢氟酸（1+3）”（见 5.2，2017 年版的 3.1）
- 修改了“丙酮”为“无水乙醇”（见 5.4，2017 年版的 3.4）；
- 修改了测定步骤“海绵钛、钛及钛合金测定”为“海绵钛及钛溶液”及“钛合金溶液”两部分（见 7.3.3、7.3.4，2017 年版的 6.4）；
- 增加了“钛合金溶液”测定方法（见 7.3.4）。
- 修改了无水乙醇加入量为 2.0 mL（见 7.3.3.1、7.3.4.1）。
- 修改了硝酸银加入量“1.0 mL”为“2.0 mL”（见 7.3.3.1、7.3.4.1）；
- 修改了水浴温度“65°C±5°C”为“40°C±5°C”（见 7.3.3.2）；
- 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/TC 243）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、新疆湘润新材料科技有限公司、西部超导材料科技股份有限公司、遵义钛业股份有限公司、洛阳双瑞万基钛业有限公司、云南国钛金属股份有限公司、北矿检测技术股份有限公司徐州分公司、国标（北京）检验认证有限公司、朝阳金达钛业股份有限公司、攀钢集团研究院有限公司。

本部分主要起草人：禄妮、魏彤、杨军红、弓睿琛、谷忠亿、杨再江、杜桃花、赵艳茹、张瑾洁、王丽娟、刘红星、周童、刘雅甜、刘伟、周礼仙。

本部分及其所代替标准的历次版本发布情况为：

- 1996 年首次发布为 GB/T 4698.25—1996；
- 2017 年第一次修订为 GB/T 4698.25—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 4698.25—2017《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第25部分：氮量的测定 氯化银分光光度法》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25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：锆量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立锆含量的测定方法。
- 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 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法。目的在于确立铌含量的测定方法。
- 第23部分：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 25 部分：氯含量的测定

氯化银分光光度法

1 范围

本文件描述了氯化银分光光度法测定海绵钛、钛及钛合金中氯含量的方法。

本文件适用于海绵钛、钛及钛合金中氯含量测定，不适用于含铬元素钛合金。测定范围：0.010%～0.50%。

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

试料用氢氟酸溶解，以饱和硼酸络合氟离子，以硝酸氧化钛。在乙醇存在下，氯与硝酸银形成氯化银悬浊液，于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度。

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 氢氟酸（1+3），优级纯。
- 5.3 硼酸饱和溶液。
- 5.4 硝酸（1+1）。
- 5.5 无水乙醇。

- 5.6 硝酸银溶液（10 g/L）。
- 5.7 氯标准贮存溶液（1.0 mg/mL）：称取 1.6485 g 基准氯化钠（预先在 400 °C-500 °C灼烧至恒量，在干燥器中冷却至室温），用水溶解后移入 1000 mL 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 氯。亦可使用市售有证标准物质。
- 5.8 氯标准溶液（100 µg/mL）：移取 10.00 mL 氯标准贮存溶液（5.7）于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 100 µg 氯。

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

称取 0.50 g 样品（7），精确至 0.0001 g。

8.2 空白试验

随同试料（8.1）做空白试验。

8.3 测定

- 8.3.1 将试料（8.1）置于 250 mL 聚乙烯杯（带盖）中，加入 10 mL 氢氟酸（5.2）室温溶解。
- 8.3.2 待试料完全溶解后，加入 40 mL 硼酸饱和溶液（5.3），混匀并冷却。移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
- 8.3.3 海绵钛及钛溶液
- 8.3.3.1 按表 1 移取溶液（8.3.2）于 50 mL 棕色容量瓶中，加入 5 mL 硝酸（5.4），混匀，放置至溶液清亮，加入 3.0 mL 无水乙醇（5.5），混匀。加入 2.0 mL 硝酸银溶液（5.6），混匀，用水稀释至刻度，混匀。

表 1 分取试液体积

氯的质量分数 %	分取试液体积 mL
0.010~0.20	20.00
>0.20~0.50	10.00

- 8.3.3.2 将容量瓶置于 40 °C±5 °C 的水浴锅中加热 10 min，取出，冷却至室温。
- 8.3.3.3 将部分试液（8.3.3.2）移入 3 cm 比色皿中，以随同试样的空白试验溶液为参比，于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上查得相应的氯量。

8.3.4 钛合金溶液

8.3.4.1 按表 1 平行移取两份溶液（8.3.2）于两个 50 mL 棕色容量瓶中，各加入 5 mL 硝酸（5.4），混匀，各加入 2.0 mL 无水乙醇（5.5），混匀。其中一份不加硝酸银溶液，以水稀释至刻度，混匀，为样品参比溶液；另一份加入 2.0 mL 硝酸银溶液（5.6），混匀，以水稀释至刻度，混匀，为样品待测溶液。

8.3.4.2 将容量瓶置于 40 °C±5 °C 的水浴锅中加热 10 min，取出，冷却至室温。

8.3.4.3 将部分试液（8.3.4.2）移入 3 cm 比色皿中，以样品参比溶液为参比，于分光光度计波长 420 nm 处测量样品待测溶液的吸光度，再以水为参比，测量空白试验溶液（8.2）的吸光度，计算两吸光度值之间的差值，从工作曲线上查得相应的氯量。

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、1.50 mL、2.50 mL 氯标准溶液（5.8），分别置于一组 50 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至约 25 mL，以下按 8.3.3.1～8.3.3.2 进行。

8.4.2 将系列标准溶液（8.4.1）移入 3 cm 比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度，减去标准系列中“零”浓度溶液的吸光度，以氯量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

9 试验数据处理

氯含量以氯的质量分数 w_{Cl} 计，按式（1）计算：

$$w_{Cl} = \frac{m_1 \times V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \times V_1} \times 100\% \cdots \cdots (1)$$

式中：

- m_1 ——从工作曲线上查得的氯量，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）。
- 计算结果表示为两位有效数字，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1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 %
Cl	0.015~0.50	$r=0.0783w_{Cl}+0.002$

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 %
Cl	0.015~0.50	$R=0.0062\ln(\omega_{\text{Cl}})+0.0347$

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
(资料性)

从实验室间试验结果得到的统计数据

各实验室对 6 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#	1	0.018	0.016	0.017	0.019	0.017	0.018	0.016
	2	0.017	0.019	0.018	0.019	0.019	0.018	0.018
	3	0.018	0.017	0.018	0.019	0.019	0.018	0.019
	4	0.013	0.014	0.014	0.016	0.014	0.015	0.016
	5	0.017	0.018	0.017	0.018	0.016	0.016	0.017
	6	0.0089	0.0098	0.0096	0.0102	0.0112	0.0095	0.0097
	7	0.013	0.011	0.010	0.013	0.013	0.012	0.011
	8	0.014	0.016	0.017	0.015	0.017	0.014	0.016
	9	0.017	0.019	0.018	0.018	0.017	0.016	0.017
	10	0.0085	0.0093	0.0100	0.0107	0.0144	0.0123	0.0117
	11	0.014	0.014	0.015	0.016	0.016	0.016	0.015
样品 2#	1	0.030	0.028	0.029	0.032	0.028	0.031	0.029
	2	0.037	0.037	0.038	0.040	0.040	0.038	0.041
	3	0.031	0.033	0.031	0.030	0.034	0.033	0.034
	4	0.040	0.035	0.039	0.038	0.039	0.036	0.037
	5	0.032	0.033	0.034	0.03	0.03	0.034	0.032
	6	0.0412	0.0388	0.0397	0.0375	0.0418	0.0422	0.0416
	7	0.016	0.015	0.014	0.013	0.014	0.015	0.016
	8	0.030	0.028	0.029	0.031	0.028	0.032	0.029
	9	0.030	0.031	0.028	0.030	0.029	0.032	0.031
	10	0.0255	0.0325	0.0301	0.0272	0.0302	0.0301	0.0307
	11	0.030	0.031	0.030	0.031	0.030	0.031	0.031
样品 3#	1	0.135	0.138	0.136	0.145	0.152	0.147	0.137
	2	0.149	0.154	0.152	0.154	0.153	0.150	0.153
	3	0.137	0.136	0.135	0.142	0.139	0.140	0.138
	4	0.138	0.141	0.138	0.133	0.130	0.128	0.127
	5	0.146	0.134	0.128	0.133	0.127	0.138	0.141
	6	0.1305	0.1374	0.1451	0.1365	0.1460	0.1353	0.1318
	7	0.136	0.134	0.142	0.144	0.142	0.134	0.136
	8	0.142	0.146	0.147	0.143	0.145	0.147	0.146
	9	0.141	0.140	0.143	0.141	0.139	0.135	0.146

实验水平	实验室代码	实验室测定结果/%						
		1	2	3	4	5	6	7
	10	0.1331	0.1208	0.1299	0.1216	0.1287	0.1239	0.1303
	11	0.136	0.131	0.135	0.130	0.130	0.131	0.136
样品 4# (0.5g 纯钛 +2500 µg 氯标准溶 液)	1	0.501	0.499	0.495	0.501	0.498	0.500	0.502
	2	0.506	0.499	0.500	0.502	0.503	0.503	0.501
	3	0.501	0.498	0.501	0.496	0.504	0.501	0.501
	4	0.504	0.502	0.505	0.499	0.502	0.497	0.501
	5	0.498	0.471	0.504	0.494	0.510	0.496	0.485
	6	0.5047	0.4972	0.5173	0.5056	0.4973	0.4974	0.4887
	7	0.504	0.502	0.503	0.503	0.499	0.500	0.495
	8	0.489	0.485	0.495	0.485	0.498	0.488	0.485
	9	0.499	0.495	0.500	0.498	0.499	0.503	0.497
	10	0.5242	0.5272	0.5278	0.5344	0.5254	0.5198	0.5195
	11	0.491	0.496	0.503	0.505	0.492	0.495	0.503
样品 5# (0.5g TC4+50 µg 氯标准 溶液)	1	0.010	0.011	0.008	0.009	0.010	0.010	0.012
	2	0.011	0.012	0.009	0.010	0.008	0.011	0.010
	3	0.012	0.010	0.011	0.011	0.011	0.012	0.011
	4	0.008	0.010	0.011	0.009	0.012	0.013	0.010
	5	0.0085	0.0088	0.0079	0.0094	0.011	0.011	0.010
	6	0.0105	0.0090	0.0094	0.0101	0.0116	0.0127	0.0090
	7	0.012	0.011	0.011	0.009	0.011	0.009	0.009
	8	0.010	0.011	0.013	0.012	0.011	0.013	0.010
	9	0.010	0.012	0.011	0.010	0.011	0.013	0.011
	10	0.0146	0.0132	0.0129	0.0146	0.0157	0.0146	0.0143
	11	0.010	0.009	0.010	0.008	0.009	0.010	0.011
样品 6# (0.5g TC4+2500 µg 氯标 准溶液)	1	0.500	0.499	0.503	0.502	0.498	0.504	0.495
	2	0.508	0.496	0.503	0.510	0.505	0.498	0.502
	3	0.521	0.501	0.501	0.512	0.504	0.529	0.526
	4	0.506	0.503	0.505	0.503	0.500	0.504	0.501
	5	0.488	0.486	0.489	0.490	0.490	0.491	0.495
	6	0.5014	0.4917	0.5093	0.5001	0.5014	0.4829	0.5021
	7	0.505	0.506	0.503	0.501	0.497	0.503	0.499
	8	0.501	0.492	0.498	0.495	0.500	0.497	0.498
	9	0.500	0.496	0.502	0.501	0.497	0.503	0.499
	10	0.5238	0.5314	0.5378	0.5344	0.5268	0.5424	0.5324
	11	0.509	0.503	0.506	0.496	0.498	0.492	0.491