



中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.13—2017
代替 GB/T 4698.13—1996

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 13 部分：锆量的测定 EDTA 络合滴定法和电感耦合 等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of titanium sponge, titanium and titanium alloys—Part 13: Determination of zirconium content—EDTA complexometric titration and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2017-09-29 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 4698《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法》分为以下部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：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 次甲基蓝分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 7 部分：氧量、氮量的测定；
- 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(含钒)；
- 第 11 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法(不含钒)；
- 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 EDTA 络合滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 14 部分：碳量的测定；
- 第 15 部分：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：钨量的测定 硫氰酸盐示差光度法；
- 第 21 部分：锰、铬、镍、铝、钼、锡、钒、钇、铜、铅量的测定 原子发射光谱法；
- 第 22 部分：铈量的测定 5-Br-PADAP 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 23 部分：钡量的测定 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；
- 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：氯量的测定 氯化银分光光度法；
- 第 26 部分：钽量和钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 27 部分：铈量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 28 部分：钕量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 4698 的第 13 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4698.13—1996《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 EDTA 络合滴定法测定锆量》。

本部分与 GB/T 4698.13—1996 相比主要变化如下：

- EDTA 络合滴定法的测定范围由“0.50%~12.00%”扩展为“0.50%~15.00%”；(见第 1 章,见 1996 年版的第 1 章)；
- 删除了“引用标准”(1996 年版的第 2 章)；
- 增加了电感耦合等离子体原子发射光谱法(见第 3 章)；
- 增加了试样条款(见 2.4 和 3.4)；
- 将允许差改为精密度条款(见 2.7 和 3.7,1996 年版的第 7 章)；

GB/T 4698.13—2017

——增加了试验报告条款(见第4章)。

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:西部金属材料股份有限公司、宝钛集团有限公司、国标(北京)检验认证有限公司、西北有色金属研究院、广东省工业分析检测中心、中铝沈阳有色金属加工有限公司、遵义钛业股份有限公司。

本部分主要起草人:翟通德、刘厚勇、赵欢娟、赵飞、孔令臣、李剑、罗绍伟、刘丽媛、周恺、程军、张永进、熊晓燕、陈玉凤、王欣、张瑾洁、秦军荣。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4698.13—1984、GB/T 4698.13—1996。

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

第 13 部分：锆量的测定

EDTA 络合滴定法和电感耦合 等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 4698 的本部分规定了海绵钛、钛及钛合金中锆量的测定方法。

本部分适用于海绵钛、钛及钛合金中锆量的测定，方法一测定范围：0.50%~15.00%，方法二测定范围：0.010%~15.00%。方法二为仲裁分析方法。

2 方法一 EDTA 络合滴定法

2.1 方法提要

试料用盐酸溶解，加入盐酸羟胺消除铁等共存元素的干扰，在盐酸介质中于加热的条件下，以二甲基酚橙为指示剂，用 EDTA 标准滴定溶液直接滴定锆。

共存元素铌使滴定终点产生回头现象，应反复加热滴定至终点颜色不变为止。

2.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

2.2.1 过氧化氢($\rho=1.10$ g/mL)。

2.2.2 盐酸(1+1)。

2.2.3 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

2.2.4 锆标准溶液(1 mg/mL)。

2.2.4.1 配制：称取 3.533 g 氯化锆酰($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$)于 500 mL 烧杯中，加入 100 mL 盐酸(2.2.2)使之溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.2.4.2 标定：移取三份各 25.00 mL 锆标准溶液(2.2.4.1)于 3 个 250 mL 烧杯中，用水稀释至约 100 mL，加入 1 g 氯化铵，加热至 70 °C，在搅拌下滴加氨水(1+1)至出现氨味，加热煮沸，取下，放置 30 min。以中速定量滤纸过滤，沉淀用硝酸铵溶液(20 g/L)洗涤 4 次，用水洗涤 2 次。将沉淀及滤纸放入已恒重的铂坩埚中，烘干，灰化，于 1 000 °C 高温炉中灼烧至恒重。

按式(1)计算锆标准溶液(2.2.4.1)的浓度：

$$c_1 = \frac{(m_2 - m_1) \times 1\,000 \times 0.740\,3}{V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

c_1 —— 锆标准溶液(2.2.4)的实际浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

m_2 —— 二氧化锆和铂坩埚的质量，单位为克(g)；

m_1 —— 铂坩埚的质量，单位为克(g)；

V_1 —— 移取锆标准溶液(2.2.4.1)的体积，单位为毫升(mL)；

0.740 3 —— 二氧化锆换算为锆的换算因数。