



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4325.17—2013  
代替 GB/T 4325.19—1984

GB/T 4325.17—2013

## 钼化学分析方法 第 17 部分：钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和 电感耦合等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of molybdenum—  
Part 17: Determination of titanium content—  
Diantiprylmethane spectrophotometry and  
inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

中华人民共和国  
国家标准  
钼化学分析方法  
第 17 部分：钛量的测定  
二安替比林甲烷分光光度法和  
电感耦合等离子体原子发射光谱法  
GB/T 4325.17—2013

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)  
北京市西城区三里河北街 16 号(100045)  
网址 www.spc.net.cn  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字  
2013 年 7 月第一版 2013 年 7 月第一次印刷

\*  
书号: 155066·1-47313 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 4325.17—2013

2013-05-09 发布

2014-02-01 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

表 6

钛的质量分数/%	允许差/%
0.000 2~0.005 0	0.000 15
>0.005 0~0.010 0	0.001 0
>0.010~0.100	0.006 0

## 6 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 试样;
- 使用的标准(包括发布或出版年号);
- 使用的方法(如果标准中包括数个方法);
- 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。

## 前 言

GB/T 4325《钼化学分析方法》分为 26 部分:

- 第 1 部分:铅量的测定 石墨炉原子吸收光谱法;
- 第 2 部分:镉量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 3 部分:铋量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 4 部分:锡量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 5 部分:锑量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 6 部分:砷量的测定 原子荧光光谱法;
- 第 7 部分:铁量的测定 邻二氮杂菲分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 8 部分:钴量的测定 钴试剂分光光度法和火焰原子吸收光谱法;
- 第 9 部分:镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和火焰原子吸收光谱法;
- 第 10 部分:铜量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 11 部分:铝量的测定 铬天青 S 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 12 部分:硅量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 13 部分:钙量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 14 部分:镁量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 15 部分:钠量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 16 部分:钾量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 17 部分:钛量的测定 二安替比林甲烷分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 18 部分:钒量的测定 钼试剂分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 19 部分:铬量的测定 二苯基碳酰二肼分光光度法;
- 第 20 部分:锰量的测定 火焰原子吸收光谱法;
- 第 21 部分:碳量和硫量的测定 高频燃烧红外吸收法;
- 第 22 部分:磷量的测定 钼蓝分光光度法;
- 第 23 部分:氧量和氮量的测定 惰气熔融红外吸收法-热导法;
- 第 24 部分:钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法;
- 第 25 部分:氢量的测定 惰气熔融红外吸收法/热导法;
- 第 26 部分:铝、镁、钙、钒、铬、锰、铁、钴、镍、铜、锌、砷、镉、锡、锑、钨、铅和铋量的测定 电感耦合等离子体质谱法。

本部分为 GB/T 4325 的第 17 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 4325.19—1984《钼化学分析方法 二安替比林甲烷光度法测定钛量》。本部分与 GB/T 4325.19—1984 相比,主要技术变化如下:

- 增加了“电感耦合等离子体发射光谱法”;
- 测定范围调整为 0.000 2%~0.10%;
- 增加了重复性条款;
- 增加了试验报告条款。

两方法测定范围重叠部分以方法一为仲裁方法。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分主要起草人:金堆城钼业股份有限公司、广州有色金属研究院、北京矿冶研究总院、西北有色金属研究院、宝鸡钛业股份有限公司。

本部分主要起草人:赵昱、王郭亮、张江峰、杨红忠、陈秋芳、熊晓燕、于力、杨嫦英、马志军、李巧红。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4325.19—1984。

5.5.4 测定

5.5.4.1 将试料(5.5.1)置于200 mL烧杯中,加入少量水润湿,加5 mL过氧化氢(5.2.1)加热溶解完全后,稀释体积约50 mL,加入2 mL硝酸(5.2.2),煮沸2 min,冷却,移入100 mL容量瓶,以水稀释至刻度,混匀。

注:如果在溶样过程中,加入5 mL过氧化氢(5.2.1)溶解不彻底,可补加过氧化氢(5.2.1)直至溶解完全。

5.5.4.2 在电感耦合等离子体发射光谱仪波长337.2 nm处测定试液及随同空白的发射强度,从相应的工作曲线计算经空白校正的钛的质量浓度。

5.5.5 工作曲线的绘制

5.5.5.1 根据试料量称取钼基体于五个200 mL烧杯中,加入少量水润湿,加入2 mL过氧化氢(5.2.1),低温加热完全溶解,稀释体积约50 mL,加入2 mL硝酸(5.2.2),煮沸1 min~2 min,取下,移至100 mL容量瓶中,分别加入0 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL钛标准溶液(5.2.7),用水稀释至刻度,混匀。

5.5.5.2 将标准系列溶液(5.5.5.1)于电感耦合等离子体发射光谱仪波长337.2 nm处测定发射强度,以钛的质量浓度为横坐标、发射强度为纵坐标绘制工作曲线。

5.6 分析结果的表述

钛含量以钛的质量分数  $w_{Ti}$  计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_{Ti} = \frac{\rho \cdot V_1 \cdot V_0 \times 10^{-6}}{m_0 \cdot V_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $\rho$  ——仪器测出试液中钛的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $V_0$  ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- $V_1$  ——被测试液体积,单位为毫升(mL);
- $V_2$  ——移取试液体积,单位为毫升(mL);
- $m_0$  ——试料的质量,单位为克(g)。

5.7 精密度

5.7.1 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,在以下给出的平均值范围内,这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5数据采用线性内插法求得。

表 5

钛的质量分数/%	0.000 2	0.010 0	0.100
重复性限/%	0.000 2	0.000 8	0.001 5

5.7.2 允许差

实验室之间分析结果的差值不应大于表6所列允许差。