

表 3 (续)

元 素	质量分数/%	重复性限/%
Fe	0.009 8	0.001 6
	0.030 3	0.002 5
	0.102 0	0.005 7
Nb	0.004 8	0.001 0
	0.015 1	0.001 2
	0.051 0	0.002 9

## 8.2 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 4 所列允许差。

表 4

元 素	质量分数/%	允许差/%
Co	0.010	0.003
	>0.030~0.075	0.005
	>0.075~0.100	0.013
Cu	0.005~0.010	0.002
	>0.010~0.030	0.004
	>0.030~0.050	0.005
Cr	0.005~0.010	0.003
	>0.010~0.030	0.005
	>0.030~0.050	0.006
Fe	0.010~0.030	0.003
	>0.030~0.075	0.005
	>0.075~0.100	0.013
Nb	0.005~0.010	0.002
	>0.010~0.030	0.005
	>0.030~0.050	0.006

## 9 质量保证与控制

应用国家级标准样品或行业标准样品(当两者都没有时,也可用控制样品代替),每周或每两周校核一次本分析方法标准的有效性。当过程失控时,应找出原因,纠正错误后,重新进行校核。



GB/T 23614.2-2009

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-37608

定价: 14.00 元



## 中华人民共和国国家标准

GB/T 23614.2—2009

# 钛镍形状记忆合金化学分析方法

## 第 2 部分:钴、铜、铬、铁、铌量的测定

### 电感耦合等离子体发射光谱法

Chemical analysis methods for titanium nickel shape memory alloy—  
Part 2: Determination of cobalt, copper, chromium, iron, niobium content—  
Inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2009-04-15 发布

2010-02-01 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

中华人民共和国  
国家标准  
钛镍形状记忆合金化学分析方法  
第2部分:钴、铜、铬、铁、镍量的测定  
电感耦合等离子体发射光谱法  
GB/T 23614.2—2009

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045  
网址 www.spc.net.cn  
电话:68523946 68517548  
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 0.5 字数 9 千字  
2009年6月第一版 2009年6月第一次印刷  
\*  
书号:155066·1-37608 定价 14.00 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)68533533

热溶解。滴加硝酸(3.3)氧化至三价钛的紫色褪去,冷却,将溶液移入100 mL聚乙烯容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.2 标准系列溶液的配制:称取0.220 g金属钛(3.1)和0.280 g金属镍(3.2)共6份,精确至0.000 1 g,分别置于6个100 mL聚四氟乙烯烧杯中,加入10 mL硫酸(3.4)、0.5 mL氢氟酸(3.5),低温加热溶解。滴加硝酸(3.3)氧化至紫色褪去,冷却,将溶液分别移入6个100 mL聚乙烯容量瓶中。移取0 mL,0.25 mL,0.50 mL,1.00 mL,3.00 mL,5.00 mL混合标准溶液(3.11),分别置于以上容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

6.4.3 测量

仪器优化后,按表2所示推荐的分析线,由低到高测量绘制工作曲线的标准系列溶液中被测元素的发射光强度。分别以被测元素的质量浓度为横坐标,分析线发射光强度为纵坐标,计算机自动绘制工作曲线。

测量试料溶液和随同试料空白溶液中被测元素的发射光强度,计算机自动由工作曲线计算出被测元素的质量浓度。

7 分析结果的计算

待测元素的含量以待测元素的质量分数  $w(X)$  计,数值以%表示,按公式(1)计算:

$$w(X) = \frac{(\rho_x - \rho_0) \cdot V \times 10^{-6}}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- $\rho_x$ ——试液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $\rho_0$ ——空白溶液中被测元素的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $V$ ——试液总体积,单位为毫升(mL);
- $m$ ——试料质量,单位为克(g)。

8 精密度

8.1 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3数据采用线性内插法求得。

表 3

元 素	质量分数/%	重复性限/%
Co	0.009 8	0.001 3
	0.030 6	0.002 0
	0.102 0	0.003 5
Cu	0.005 3	0.000 4
	0.015 4	0.000 7
	0.051 0	0.002 0
Cr	0.006 0	0.000 8
	0.016 6	0.001 2
	0.053 0	0.002 4

3.9 铁标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属铁 [ $w(\text{Fe}) \geq 99.95\%$ ],置于 400 mL 烧杯中,加入 30 mL 盐酸(1+1),加热溶解并蒸发至近干,再加入 10 mL 硫酸(3.4),小心继续蒸发至冒白烟,冷却后加水,加热,待盐类全部溶解,冷却,将溶液移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铁。

3.10 铌标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属铌 [ $w(\text{Nb}) \geq 99.95\%$ ],置于 30 mL 铂坩埚中,加入 5 mL 氢氟酸(3.5),滴加 0.5 mL 硝酸(3.3),缓慢加热溶解,冷却。将溶液移入 100 mL 聚乙烯容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 铌。

3.11 混合标准溶液:分别移取 10.00 mL 钴、铜、铬、铁、铌标准贮存溶液,置于 100 mL 聚乙烯容量瓶中,加入 10 mL 硫酸(1+1),用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 100  $\mu\text{g}$  钴、铜、铬、铁、铌。

#### 4 仪器

4.1 电感耦合等离子体发射光谱仪,配备耐氢氟酸进样系统。

##### 4.2 光谱线

推荐的分析线见表 2。

表 2

元素	分析线/nm	检出限/(mg/L)	测定下限/(mg/L)
Co	394.401	0.098	0.49
Cu	202.034	0.024	0.12
Cr	238.208	0.017	0.085
Fe	251.615	0.040	0.20
Nb	205.560	0.024	0.12

##### 4.3 仪器最小光谱带宽

谱线的半高宽  $\leq 0.030$  nm。

##### 4.4 检出限及测定下限

在基体存在下求出检出限及测定下限,其值一般应不大于表 2 所列。

##### 4.5 仪器的短期稳定性

被测元素最大质量浓度溶液连续测量 5 次,其发射光绝对强度的相对标准偏差应小于 0.8%。

##### 4.6 工作曲线的线性

工作曲线的线性,其相关系数应大于 0.999。

#### 5 试样

厚度不大于 1 mm 的碎屑。

#### 6 分析步骤

##### 6.1 测定次数

独立地进行两次测定,取其平均值。

##### 6.2 试料

称取 0.50 g 试样,精确至 0.000 1 g。

##### 6.3 空白试验

随同试料做空白试验。

##### 6.4 测定

6.4.1 将试料置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 10 mL 硫酸(3.4)、0.5 mL 氢氟酸(3.5),低温加

## 前 言

GB/T 23614《钛镍形状记忆合金化学分析方法》分为两部分:

——第 1 部分:镍量的测定 丁二酮肟沉淀分离-EDTA 络合-氯化锌返滴定法;

——第 2 部分:钴、铜、铬、铁、铌量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法。

本部分为 GB/T 23614 的第 2 部分。

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归口。

本部分负责起草单位:北京有色金属研究总院、有研亿金新材料股份有限公司。

本部分参加起草单位:宝钛集团股份有限公司、西北有色金属研究院。

本部分主要起草人:臧慕文、童坚、刘英、李娜、冯景苏、缪卫东、王江波、黄永红、禄妮、雷小燕。