

ICS 77.120.50
H 64



中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.14—2011
代替 GB/T 4698.14—1996

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 碳量的测定

Methods for chemical analysis of titanium sponge, titanium and titanium alloys—
Determination of carbon content

2011-05-12 发布

2012-02-01 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

559

前 言

本部分代替 GB/T 4698.14—1996《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 库仑法测定碳量》。

本部分与 GB/T 4698.14—1996 相比主要变化如下：

——由库仑法改为高频燃烧-红外吸收法；

——测定范围由 0.005%~0.30% 调整为 0.004%~0.100%；

——增加了精密度条款，补充了质量保证与控制条款。

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：西北有色金属研究院、宝钛集团有限公司、北京有色金属研究院、四川恒为制钛科技有限公司。

本部分主要起草人：李波、王辉、梁世红、艾建玲、朱广路、周海收、王洪斌、宋晓力、李剑、林颖。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4698.14—1984；

——GB/T 4698.14—1996。

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 碳量的测定

1 范围

本部分规定了高频燃烧-红外吸收法测定海绵钛、钛及钛合金中碳含量。

本部分适用于海绵钛、钛及钛合金中碳含量的测定。测定范围:0.004%~0.100%。

2 方法原理

在氧气气氛中,试样中的碳在高频感应炉内被氧化为一氧化碳或二氧化碳,混合气体随载气进入红外检测池,通过与钛标准物质/样品建立的曲线进行比对,测得试样中碳含量。

3 试剂及材料

3.1 丙酮或其他有机溶剂。

3.2 铜助熔剂($w_t \leq 0.0005\%$)。

3.3 铁助熔剂($w_t \leq 0.0008\%$)。

3.4 锡助熔剂($w_t \leq 0.0005\%$)。

3.5 钨助熔剂($w_t \leq 0.0010\%$)。

3.6 高氯酸镁。

3.7 碱石棉。

3.8 稀土氧化铜。

3.9 镀铂硅胶。

3.10 氧气(体积分数 $\geq 99.95\%$)。

3.11 钛标准物质/样品。

3.12 坩埚和坩埚盖:在马弗炉中 $700\text{ }^\circ\text{C} \sim 800\text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧至少2 h或者 $900\text{ }^\circ\text{C} \sim 1\,000\text{ }^\circ\text{C}$ 灼烧至少1 h,灼烧过的坩埚和坩埚盖如果在4 h之内不使用,下次使用前必须重新灼烧。灼烧后的坩埚和坩埚盖冷却到常温后放入干燥器中备用。

4 仪器装置

4.1 高频燃烧炉、吸尘装置、载气净化系统、分析气体转化系统、红外检测系统。

4.2 氧气瓶和调压器。

4.3 瓷坩埚和坩埚盖,坩埚盖有孔。

4.4 坩埚钳。

4.5 天平。

4.6 马弗炉。

5 试样

- 5.1 试样为屑状,用机械装置钻取或车取的样品长度小于 10 mm。
- 5.2 用丙酮或其他有机溶剂(3.1)清洗试样中的油污,低温干燥,然后保存在密封容器中。

6 分析程序

6.1 仪器准备

按仪器制造商的要求装配好所有部件,按要求连接电源、载气、动力气,根据要求更换化学试剂管和过滤装置。

6.2 仪器预热

仪器分析前要充分预热,使仪器的各项指标达到设定值。

6.3 仪器检漏

利用仪器检漏程序或其他辅助设备确定仪器无漏气现象。

6.4 空白检测

空白包括坩埚、坩埚盖和助熔剂的空白。助熔剂为纯 Cu 助熔剂,也可采用其他混合助熔剂(W+Sn 混合助熔剂比例为 W:Sn=4:1,Cu+Sn+Fe 混合助熔剂比例为 Cu:Sn:Fe=2:1:1)。将助熔剂放入坩埚中,盖好盖,平行测定 3~5 次,取平均值,然后进行空白检测或空白补偿。空白值极差不大于 0.000 5%。

6.5 校准程序

6.5.1 钛标准物质/样品中碳含量的准确性对检测结果有较大影响,因此,标准物质/样品的材质应与未知样品相近,标准物质/样品碳含量略高于未知样品中的碳含量。一般选用国家标准物质/样品或有证标准物质。

6.5.2 平行测试 3~5 个钛标准物质/样品,计算这些结果的平均值,进行系统校准。平均值与标准值相符,不超出标准物质/样品证书给定的不确定度范围。

6.6 试样分析

6.6.1 测定次数

独立进行两次测定,取平均值。

6.6.2 设置仪器参数,选择分析方法。

6.6.3 称取试样 0.3 g~0.5 g,精确至 0.000 1 g,放入瓷坩埚,加入助熔剂 1.0 g~2.0 g(称量精确至 0.000 1 g),盖好坩埚盖。

6.6.4 用坩埚钳将装有助熔剂和试料的坩埚置于坩埚支座上。

6.6.5 升起机械装置,关闭炉门,开始检测。

6.6.6 参考仪器操作说明输入试样质量和试样编号。

6.6.7 在连续检测过程中,钛标准物质/样品有间隔的插入,用于监控是否有漂移和验证最初的有效性。

6.6.8 记录或打印分析结果。

7 精密度

7.1 重复性限

在重复性条件下获得的两次独立测量结果的测定值,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%,实验室内重复性限如表1所示。

表1 实验室内重复性限

质量分数/%	0.007	0.016	0.024	0.065
重复性限 r /%	0.000 8	0.001 3	0.001 7	0.002 2

7.2 允许差

实验室之间的分析结果差值不应大于表2所列允许差。

表2 分析结果允许差

质量分数/%	允许差/%
0.004~0.010	0.001
>0.010~0.030	0.004
>0.030~0.050	0.006
>0.050~0.100	0.010

8 质量保证和控制

应用国家级标准样品或行业标准样品(当两者都没有时,也可以用控制标样替代),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。

附 录 A
(资料性附录)
碳检测结果数据统计

表 A.1 给出了多家实验室采用本方法联合测定钛标准样品或钛样品的统计信息。

表 A.1 碳检测结果数据统计

样品名称	检测平均值/ %	最小标准差 S_M /%	再现性标准 偏差 S_R /%	再现性限 R /%	相对再现性限 R_{rel} /%	备 注
1 号	0.065 4	0.000 8	0.003 2	0.009 0	14	ASTM E 1941-04 中 9 个实验室数据 统计
2 号	0.007 2	0.000 3	0.000 9	0.002 7	37	
SRM 176	0.013 2	0.000 6	0.001 9	0.005 2	40	
GSBH64001-1997 TC4	0.024 7	0.000 6	0.000 8	0.002 3	9	本次标准修订 4 个 实验室数据统计
GSBH64001-1997 TC6	0.015 6	0.000 6	0.000 7	0.001 9	12	