

YS

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 1075.9—20XX

钒铝、钼铝中间合金化学分析方法
第9部分：氯含量的测定
氯化银分光光度法

Methods for chemical analysis of vanadium-aluminium and
molybdenum-aluminium master alloys—
Part 9: Determination of chlorine content—
Silver chloride spectrophotometry

(报批稿)

20××-××-××发布

20××-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

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YS/T 1075《钒铝、钼铝中间合金化学分析方法》的第9部分。YS/T 1075已经发布了以下部分：

- 第1部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第2部分：钼量的测定 钼酸铅重量法；
- 第3部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第4部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和硫酸亚铁铵滴定法；
- 第5部分：铝量的测定 EDTA 滴定法；
- 第6部分：碳量的测定 高频燃烧-红外吸收法；
- 第7部分：氧量的测定 惰性气体熔融-红外法；
- 第8部分：钼、铝量的测定 X-荧光光谱法；
- 第9部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法；
- 第10部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第11部分：氮含量的测定 惰性气体熔融热导法；
- 第12部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第13部分：铁、硅、钼、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：西安汉唐分析检测有限公司、大连融德特种材料有限公司、宝钛集团有限公司、忠世高新材料股份有限公司、商洛天野新材料有限公司、北矿检测技术有限公司、广西壮族自治区分析测试研究中心、宁夏东方钼业股份有限公司、国合通用（青岛）测试评价有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、承德天大钒业有限责任公司。

本文件主要起草人：周恺、孙宝莲、曾繁武、罗琳、沙莎、马婉莹、邹德玲、杨伟生、黄一帆、刘振阳、张俊峰、薛婷婷、孙海峰、郑丽娜。

引 言

钒铝、钼铝中间合金是生产高性能钛合金的重要中间合金，其作用包括改善合金化条件、提高合金成分均匀度、克服偏析和不熔（难熔）金属夹杂以及减少金属烧损率。随着航空航天用等高端钛合金的发展，对钒铝、钼铝中间合金的主元素波动范围和杂质元素上限含量都提出了更为严苛的要求。YS/T 1075 旨在通过实验研究建立一套完整且切实可行的钒铝、钼铝中间合金化学分析方法标准，拟由十三部分组成：

- 第 1 部分：铁量的测定 1,10-二氮杂菲分光光度法；
- 第 2 部分：钼量的测定 钼酸钡重量法；
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：钒量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法和硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 5 部分：铝量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 6 部分：碳量的测定 高频燃烧-红外吸收法；
- 第 7 部分：氧量的测定 惰性气体熔融-红外法；
- 第 8 部分：钼、铝量的测定 X-荧光光谱法；
- 第 9 部分：氯含量的测定 氯化银分光光度法；
- 第 10 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：氮含量的测定 惰性气体熔融热导法；
- 第 12 部分：磷含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 13 部分：铁、硅、钼、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本文件完善了钒铝、钼铝中间合金的生产产业链，对提升钒铝、钼铝中间合金在钛合金生产过程中的应用水平提供了有力支撑。

钒铝、钼铝中间合金化学分析方法

第9部分：氯含量的测定

氯化银分光光度法

1 范围

本文件规定了钒铝、钼铝中间合金中氯含量的测定方法。

本文件适用于钒铝、钼铝中间合金中氯含量的测定。测定范围：0.010%~0.10%。

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 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

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试料用硝酸-氢氟酸混合酸溶解。以硼酸饱和溶液络合氟离子。在硝酸介质中，氯与硝酸银生成氯化银悬浊液，于分光光度计波长 450 nm 处测量其吸光度。

5 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为优级纯的试剂和符合 GB/T 6682 要求的实验室二级水。

5.1 乙醇。

5.2 硝酸（1+1）。

5.3 氢氟酸（1+4）。

5.4 硼酸饱和溶液。

5.5 硝酸银溶液（10 g/L）。

5.6 氯标准贮存溶液：称取 0.1648 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。存储于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 100 μg 氯。

5.7 氯标准溶液：移取 10.00 mL 氯标准贮存溶液（5.6）于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

YS/T 1075.9—20××

存储于塑料瓶中。此溶液 1 mL 含 10 μg 氯。

6 仪器设备

分光光度计。

7 样品

样品粒度应小于 500 μm。

8 试验步骤

8.1 试料

8.1.1 钒铝中间合金

称取 0.50 g 样品 (7)，精确至 0.0001 g。

8.1.2 钼铝中间合金

称取 0.10 g 样品 (7)，精确至 0.0001 g。

8.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验。

8.4 测定

8.4.1 钒铝中间合金

8.4.1.1 将钒铝中间合金试料 (8.1.1) 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 10 mL 硝酸 (5.2)，10 mL 氢氟酸 (5.3)，低温加热至试料溶解完全，取下冷却至室温。加入 20 mL 硼酸饱和溶液 (5.4)，移入 50 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

8.4.1.2 平行移取 10.00 mL 试液两份于两个 50 mL 棕色容量瓶中，各加入 1.0 mL 乙醇 (5.1)。其中一份以水稀释至刻度，混匀，为样品参比溶液；另一份加入 1.0 mL 硝酸银溶液 (5.5)，用水稀释至刻度，混匀，为样品待测溶液。

8.4.1.3 将待测试液置于暗处。15 min 后，将部分溶液移入 3 cm 比色皿中，以样品参比溶液为参比，于分光光度计波长 450 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 (8.3) 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。

8.4.2 钼铝中间合金

8.4.2.1 将钼铝中间合金试料 (8.1.2) 置于 100 mL 聚四氟乙烯烧杯中，加入 12 mL 硝酸 (5.2)，2 mL 氢氟酸 (5.3)，低温加热至试料溶解完全，取下冷却至室温。加入 10 mL 硼酸饱和溶液 (5.4)，后过滤，将滤液定容于 50 mL 棕色容量瓶中。

8.4.2.2 加入 1.0 mL 乙醇 (5.1)、1.0 mL 硝酸银溶液 (5.5)，用水稀释至刻度，混匀，为样品待测溶液。

8.4.2.3 将待测试液置于暗处。15 min 后，将部分溶液移入 3 cm 比色皿中，以随同试料的空白试验溶液（8.3）为参比，于分光光度计波长 450 nm 处测量其吸光度，从工作曲线上查得相应的氯量。

8.5 工作曲线的绘制

分别移取 0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、10.00 mL 氯标准溶液（5.7），分别置于一组 50 mL 棕色容量瓶中，依次加入 4 mL 硝酸（5.2），1.0 mL 乙醇（5.1），1.0 mL 硝酸银溶液（5.5），用水稀释至刻度，混匀并置于暗处。15 min 后，移取部分溶液于 3 cm 比色皿中，以水为参比，于分光光度计波长 450 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，按公式（1）计算：

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

式中：

w_{Cl} ——试料中氯元素的质量分数；

m_1 ——自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）；

m_0 ——试料质量，单位为克（g）；

V_1 ——分取试液体积，单位为毫升（mL）。

计算结果保留两位有效数字，按 GB/T 8170 的规定修约。

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 1 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 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见附录 A。

表 1 重复性限

$w_{Cl}/\%$	0.033	0.050	0.081	0.091
$r/\%$	0.003	0.004	0.005	0.006

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 2 给出的平均值范围内，这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 2 数据采用线性内插法或外延法求得。精密度试验原始数据见附录 A。

表 2 再现性限

$w_{Cl}/\%$	0.033	0.050	0.081	0.091
$R/\%$	0.004	0.005	0.006	0.007

11 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容：

- 试验对象；
- 本文件编号；
- 结果；
- 与基本分析步骤的差异；
- 观察到的异常现象；
- 试验日期。

附录 A

(资料性)

精密度试验原始数据

精密度数据由 10 家实验室对氯含量的 4 个不同水平样品进行共同试验确定。每个实验室对每个水平的氯含量在重复性条件下独立测定 11 次。测定的原始数据见表 A.1。

表 A.1 精密度试验原始数据

实验室	水平数	n										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
1	1	0.029	0.030	0.032	0.033	0.030	0.033	0.034	0.031	0.031	0.032	0.031
	2	0.052	0.052	0.049	0.049	0.051	0.051	0.052	0.053	0.051	0.051	0.048
	3	0.080	0.084	0.077	0.078	0.080	0.081	0.084	0.082	0.082	0.080	0.078
	4	0.095	0.087	0.093	0.091	0.088	0.091	0.091	0.094	0.093	0.094	0.094
2	1	0.031	0.032	0.032	0.031	0.031	0.032	0.033	0.031	0.031	0.032	0.032
	2	0.053	0.052	0.052	0.052	0.051	0.051	0.053	0.052	0.051	0.051	0.051
	3	0.081	0.080	0.080	0.081	0.083	0.080	0.081	0.081	0.083	0.081	0.082
	4	0.093	0.092	0.093	0.094	0.098	0.092	0.093	0.097	0.092	0.093	0.091
3	1	0.031	0.031	0.031	0.031	0.031	0.031	0.031	0.031	0.031	0.030	0.031
	2	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050	0.050
	3	0.081	0.081	0.081	0.081	0.081	0.081	0.081	0.081	0.081	0.081	0.081
	4	0.092	0.092	0.092	0.092	0.092	0.092	0.092	0.092	0.092	0.092	0.092
4	1	0.029	0.032	0.031	0.030	0.031	0.032	0.028	0.030	0.031	0.030	0.029
	2	0.050	0.050	0.048	0.052	0.052	0.049	0.050	0.049	0.053	0.048	0.052
	3	0.079	0.078	0.081	0.083	0.078	0.079	0.082	0.079	0.083	0.081	0.080
	4	0.090	0.089	0.089	0.094	0.092	0.091	0.088	0.093	0.093	0.091	0.092
5	1	0.029	0.028	0.027	0.033	0.032	0.033	0.030	0.031	0.029	0.029	0.030
	2	0.051	0.048	0.049	0.050	0.052	0.051	0.053	0.050	0.049	0.048	0.052
	3	0.081	0.080	0.079	0.078	0.077	0.080	0.082	0.076	0.082	0.080	0.079
	4	0.090	0.089	0.093	0.087	0.092	0.093	0.090	0.091	0.087	0.087	0.086
6	1	0.032	0.031	0.030	0.033	0.029	0.031	0.030	0.031	0.033	0.030	0.030
	2	0.052	0.050	0.052	0.049	0.050	0.050	0.051	0.049	0.050	0.051	0.050
	3	0.078	0.081	0.083	0.082	0.081	0.079	0.081	0.081	0.080	0.084	0.083
	4	0.092	0.095	0.091	0.093	0.086	0.091	0.089	0.091	0.089	0.091	0.094

表 A.1 精密度试验原始数据 (续)

实验室	水平数	n										
		1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
7	1	0.031	0.030	0.031	0.033	0.032	0.029	0.031	0.030	0.032	0.029	0.030
	2	0.050	0.048	0.052	0.051	0.052	0.048	0.049	0.053	0.052	0.049	0.050
	3	0.081	0.079	0.082	0.083	0.079	0.081	0.078	0.081	0.082	0.083	0.078
	4	0.092	0.090	0.091	0.089	0.092	0.093	0.090	0.094	0.093	0.091	0.093
8	1	0.032	0.031	0.031	0.030	0.032	0.029	0.029	0.032	0.031	0.031	0.029
	2	0.050	0.049	0.051	0.049	0.051	0.049	0.049	0.050	0.050	0.050	0.050
	3	0.078	0.079	0.083	0.077	0.081	0.080	0.079	0.082	0.082	0.081	0.079
	4	0.088	0.089	0.091	0.091	0.093	0.090	0.092	0.092	0.092	0.088	0.091
9	1	0.030	0.030	0.029	0.030	0.030	0.028	0.030	0.029	0.029	0.029	0.030
	2	0.051	0.050	0.048	0.050	0.050	0.051	0.050	0.052	0.051	0.050	0.049
	3	0.081	0.081	0.081	0.081	0.081	0.080	0.082	0.081	0.082	0.080	0.080
	4	0.091	0.092	0.092	0.090	0.090	0.092	0.091	0.090	0.089	0.092	0.092
10	1	0.031	0.033	0.033	0.034	0.031	0.031	0.029	0.03	0.033	0.031	0.032
	2	0.052	0.051	0.052	0.053	0.05	0.049	0.049	0.052	0.051	0.053	0.052
	3	0.084	0.083	0.085	0.079	0.084	0.08	0.086	0.085	0.083	0.079	0.081
	4	0.093	0.092	0.089	0.087	0.088	0.092	0.093	0.087	0.092	0.095	0.094

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示