

## 中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.12-2008

代替 GB/T 6987.12—2001,GB/T 6987.31—2001

# 铝及铝合金化学分析方法 第 12 部分:钛含量的测定

Methods for chemical analysis of aluminium and aluminium alloys— Part 12: Determination of titanium content

2008-03-31 发布 2008-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 皮布 国国家标准化管理委员会

## 前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》是对 GB/T 6987—2001《铝及铝合金化学分析方法》的修订,本次修订将原标准号 GB/T 6987 改为 GB/T 20975。

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为 25 个部分:

- ——第1部分:汞含量的测定 冷原子吸收光谱法
- ---第2部分:砷含量的测定 钼蓝分光光度法
- ——第3部分:铜含量的测定
- ——第 4 部分:铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法
- ——第 5 部分:硅含量的测定
- ——第6部分:镉含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- ——第7部分:锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法
- ---第8部分:锌含量的测定
- ——第9部分:锂含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- ——第 10 部分:锡含量的测定 苯基荧光酮分光光度法
- ——第 11 部分:铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- ——第 12 部分:钛含量的测定
- ——第 13 部分:钒含量的测定 苯甲酰苯胲分光光度法
- ——第 14 部分:镍含量的测定
- ——第 15 部分:硼含量的测定 离子选择电极法
- ——第 16 部分:镁含量的测定
- ——第 17 部分: 锶含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- ---第 18 部分:铬含量的测定
- ——第 19 部分: 锆含量的测定 二甲酚橙分光光度法
- ——第 20 部分:镓含量的测定 丁基罗丹明 B 分光光度法
- ——第 21 部分:钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法
- ——第 22 部分:铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法
- ——第23部分:锑含量的测定 碘化钾分光光度法
- ——第 24 部分:稀土总含量的测定
- ——第25部分:电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为第 12 部分。对应于 ISO 6827:1981《铝及铝合金——钛含量的测定——二安替吡啉甲烷光度法》和 ISO 1118:1978《铝及铝合金——钛含量的测定——铬变酸分光光度法》,一致性程度分别为修改采用和等同采用。

本部分"方法一"修改采用国际标准 ISO 6827:1981《铝及铝合金——钛含量的测定——二安替吡啉甲烷光度法》。"方法—"在资料性附录 A 中列出了本部分章条和对应的国际标准章条的对照一览表;在资料性附 B 中列出了本部分和对应的国际标准技术性差异。

本部分代替 GB/T 6987.12—2001《铝及铝合金化学分析方法 二安替吡啉甲烷分光光度法测定 钛量》和 GB/T 6987.31—2001《铝及铝合金化学分析方法 过氧化氢分光光度法测定钛量》。本次修订将 GB/T 6987.31—2001 的有关内容纳入本部分。

本部分与 GB/T 6987.12-2001 相比主要变化如下:

### GB/T 20975.12-2008

- ——增加了"方法二:过氧化氢分光光度法"和"方法三:铬变酸分光光度法";
- ——增加了"重复性"和"质量保证与控制"条款;
- ——将钛标准贮存溶液配制方法中删除草酸钛钾改由二氧化钛配制;
- ——根据重复性限数值对其原允许差范围进行了修改,使二者数值相互匹配。

本部分的附录 C 为规范性附录, 附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本部分的"方法一:二安替吡啉甲烷分光光度法"为钛含量在  $0.001~0\%\sim0.50\%$ (含 0.50%)的铝及铝合金仲裁方法,"方法二:过氧化氢分光光度法"为钛含量在  $0.50\%\sim7.0\%$ (不含 0.50%)的铝及铝合金仲裁方法。

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。

本部分由东北轻合金有限责任公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分方法一、方法三起草单位:中国铝业股份有限公司西北铝加工分公司。

本部分方法二起草单位:中国铝业股份有限公司河南分公司研究所。

本部分方法一主要起草人:王俊峰、姚文殊、田永红、席欢、马存真、朱玉华。

本部分方法二主要起草人:梁倩、王新亮、董良、王书勤、席欢、葛立新、范顺科。

本部分方法三主要起草人:姚文殊、田永红、席欢、葛立新、马存真。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- ----GB/T 6987.12-1986, GB/T 6987.12-2001;
- ——GB/T 6987.31—2001。

# 铝及铝合金化学分析方法第 12 部分: 钛含量的测定

方法一: 二安替吡啉甲烷分光光度法

### 1 范围

本部分规定了铝及铝合金中钛含量的测定方法。 本部分适用于铝及铝合金中钛含量的测定。测定范围:0.0010%~0.50%。

### 2 方法提要

试料以盐酸溶解,在硫酸铜存在下,用抗坏血酸还原  $Fe^{3+}$  和  $V^{5+}$  等干扰离子。在硫酸介质中,加入二安替吡啉甲烷溶液显色,于分光光度计波长 400 nm 处测量其吸光度。

#### 3 试剂

- 3.1 硫酸( $\rho$  1.84 g/mL)。
- 3.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。
- **3.3** 氢氟酸(ρ 1.14 g/mL)。
- 3.4 过氧化氢(ρ 1.10 g/mL)。
- 3.5 硫酸溶液(1+1)。
- 3.6 盐酸溶液(1+1)。
- 3.7 硫酸铜溶液(50 g/L)。
- 3.8 抗坏血酸溶液(20 g/L,用时现配)。
- 3.9 铝溶液(20 mg/mL): 称取 20.00 g 纯铝(纯度≥99.99%, 不含钛)置于 2 000 mL 烧杯中, 盖上表皿。分次加入总量为 600 mL 盐酸溶液(3.6), 缓慢加热至铝完全溶解。取下, 冷却。移入 1 000 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。
- 3.10 二安替吡啉甲烷溶液(50 g/L 的 1 mol/L 盐酸溶液):在约 17 mL 盐酸溶液(3.6)和 70 mL 水的溶液中,溶解 5 g 二安替吡啉甲烷,以水稀释至 100 mL 并混匀。
- 3.11 钛标准贮存溶液(0.1 mg/mL):按以下两种方法配制。
- 3. 11. 1 称取 0.10 g 金属钛(纯度大于 99.6%),精确至 0.000 1 g,于 300 mL 烧杯中,加入 50 mL 硫酸溶液(3.5)和 10 mL 盐酸溶液(3.6),加热分解后再加入 1 mL 硝酸溶液(1+1),加热至钛溶解完全并加热蒸发至刚冒白烟,取下,冷却,小心加入约 10 mL 水,溶解可溶性盐类,冷却至室温,移入 1000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 2 0.1 mg 钛。
- 3. 11. 2 称取 0.166.8 g 二氧化钛(光谱纯,事先于 1.000 °C 马弗炉内灼烧 10. min,置于干燥器中冷却 60. min 后称量),精确至 0.000.1 g,于 500. mL 锥形烧杯中,加入 50. mL 硫酸(3.1)和 10. g 硫酸铵,高温加热使二氧化钛完全溶解,取下,冷却。缓慢倒入盛有 600. mL 水的烧杯中,将溶液过滤于 1.000. mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1. mL 2. 0.1. mg 钛。

使用光谱纯二氧化钛试样配制的钛标准贮存溶液不必进行标定。

3.12 钛标准溶液(0.01 mg/mL):

移取 50.00 mL 钛标准贮存溶液(3.11.1)或(3.11.2)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。 此溶液 1 mL 含 0.01 mg 钛(用时现配)。