



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
中国国家标准化管理委员会 发布

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 苯甲酰苯胺分光光度法
- 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:锑含量的测定 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:锶含量的测定 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》。“方法一”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;在资料性附录 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:

- 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%~0.50%(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%~7.0%(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: 0.001 0% ~ 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(ρ 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 $\geq 99.99\%$, 不含钛)置于 2 000 mL 烧杯中, 盖上表面皿。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 1 000 mL 容量瓶中, 以水稀释至刻度, 混匀。此溶液 1 mL 含 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 含 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)。