ICS 77.120.10

H 12



**中华人民共和国国家标准**

 GB/T 20975.12—201X

代替GB/T 20975.12—2008

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

（审定稿）

201X-XX-XX 发布 201X-XX-XX 实施

 发 布

**国家市场监督管理总局**

**中国国家标准化管理委员会**

1. 前 言

GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》分为37部分：

——第1部分：汞含量的测定

——第2部分：砷含量的测定

——第3部分：铜含量的测定

——第4部分：铁含量的测定

——第5部分：硅含量的测定

——第6部分：镉含量的测定

——第7部分：锰含量的测定

——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

——第11部分：铅含量的测定

——第12部分：钛含量的测定

——第13部分：钒含量的测定

——第14部分：镍含量的测定

——第15部分：硼含量的测定

——第16部分：镁含量的测定

——第17部分：锶含量的测定

——第18部分：铬含量的测定

——第19部分：锆含量的测定

——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

——第22部分：铍含量的测定

——第23部分：锑含量的测定

——第24部分：稀土总含量的测定

——第25部分：元素含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

——第26部分：碳含量的测定 红外吸收法

——第27部分：铈、镧、钪含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

——第28部分：钴含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第29部分：鉬含量的测定 硫氰酸盐分光光度法

——第30部分：氢含量的测定 加热提取热导法

——第31部分: 磷含量的测定 钼蓝分光光度法

——第32部分：铋含量的测定

——第33部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第34部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第35部分：钨含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第36部分：银含量的测定 火焰原子吸收光谱法

——第37部分：铌含量的测定

本部分为GB/T 20975的第12部分。

本部分按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本部分是对GB/T 20975.12-2008《铝及铝合金化学分析方法 第12部分：钛含量的测定》的修订，本部分与GB/T 20975.12-2008相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

——增加了标准使用安全警告；

——增加了规范性引用文件（见2）；

——修改了“4.2 二安替吡啉甲烷分光光度法中铝溶液浓度”；

——修改了“4.5 二安替吡啉甲烷分光光度法的称取质量和溶解样品的试剂用量”；

——修改了“4.5 二安替吡啉甲烷分光光度法的分取体积”；

——修改了“1 过氧化氢分光光度法的测定范围，由0.5 %～7.0 %修改为0.5 %～16.0 %”；

——修改了“5.1 过氧化氢分光光度法的称取质量”；

——修改了“5.5 过氧化氢分光光度法的分取体积、定容体积”；

——修改了“5.5 工作曲线”。

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（SAC/TC243）归口。

1. 本部分起草单位：国标（北京）检验认证有限公司、有色金属技术经济研究院、国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心、中铝材料应用研究院有限公司、北京有色金属与稀土应用研究所、贵州省分析测试研究院、西北有色金属研究院、中铝洛阳铜业有限公司、辽宁忠旺集团有限公司、广西柳州银海铝业股份有限公司、山东南山铝业股份有限公司、华南理工大学、昆明冶金研究院、东北轻合金有限责任公司。

本部分主要起草人：

本部分所代替标准的历次版本情况为：

——GB/T 6987.12—1986。

——GB/T 6987.12—2001、GB/T 6987.31—2001。

——GB/T 20975.12—2008。

铝及铝合金化学分析方法

第12部分：钛含量的测定

警告—使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 20975的本部分规定了采用二安替吡啉甲烷分光光度法和过氧化氢分光光度法测定铝及铝合金中钛含量的方法。

本部分适用于铝及铝合金中钛含量的测定。二安替吡啉甲烷分光光度法（适用于铝及铝合金）测定范围：0.0010 %～0.50 %；过氧化氢分光光度法（适用于铝合金及铝钛中间合金）测定范围：0.50 %～16.5 %。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170-2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 8005.2-2011 铝及铝合金术语 第2部分：化学分析

3 术语和定义

GB/T 20000.1-2015、GB/T 8005.2-2011界定的术语和定于适用于本文件。

4 二安替吡啉甲烷分光光度法

4.1 方法提要

1. 试样以盐酸溶解，在硫酸铜的存在下，用抗坏血酸还原Fe3+和V5+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，测量溶液的吸光度。
2. 4.2 试剂
3. 除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682-2008规定的二级水。
4. 4.2.1 硫酸（ρ=1.84 g/mL）
5. 4.2.2 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。
6. 4.2.3 氢氟酸（ρ=1.14 g/mL）。
7. 4.2.4 过氧化氢（ρ=1.10 g/mL）。
8. 4.2.5 硫酸（1+1）。
9. 4.2.6 盐酸（1+1）。
10. 4.2.7 硫酸铜溶液（50 g/L）。
11. 4.2.8 抗坏血酸溶液（20 g/L，用时现配）。
12. 4.2.9二安替吡啉甲烷溶液（50 g/L）：在约17 mL盐酸（4.2.6）和70 mL水中，溶解5 g二安替吡啉甲烷，以水稀释至100 mL并混匀。
13. 4.2.10铝溶液（10 mg/mL）：称取10.00 g纯铝（*ω*Al≥99.99 %，*ω*Ti≤0.0010 %）置于2000 mL烧杯中，盖上表皿。分次加入总量为300 mL盐酸（4.2.6），缓慢加热至铝完全溶解。取下，冷却。移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。
14. 4.2.11 钛标准贮存溶液： 称取0.10000 g金属钛（*ω*Ti ≥ 99.9 %），于300 mL烧杯中，加入50 mL硫酸（4.2.5）和10 mL盐酸（4.2.6），加热分解后再加入1 mL硝酸（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含0.1mg钛。
15. 4.2.12 钛标准溶液（0.01 mg/mL）：移取50.00 mL钛标准贮存溶液（4.2.11.1）或（4.2.11.2）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）。

4.3 仪器

1. 分光光度计。

4.4 试样

1. 试样加工成厚度不超过1 mm的碎屑。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料

1. 称取质量（*m*0）为0.50 g试样，精确至0.0001 g。

4.5.2 平行试验

1. 平行做两份试验，取其平均值。

4.5.3 测定

4.5.3.1将试料（4.5.1）置于250 mL烧杯中，盖上表皿，加入15 mL水，分次加入总量为15 mL的盐酸（4.2.6），滴加1.5 mL过氧化氢（4.2.4）或0.5 mL硝酸（4.2.2），微热使试料溶解完全，煮沸约10 min，用水冲洗表皿及杯壁，取下，冷却。如有不溶物（硅等）则需过滤，将沉淀连同滤纸置于铂坩埚中，灰化（勿使滤纸燃着），于550℃灼烧30 min，取出，冷却。加入2 mL硫酸（4.2.1），5 mL氢氟酸（4.2.3），滴加硝酸（4.2.2）至试液清亮，蒸发至干，于700℃灼烧数分钟，取出，冷却。用少量盐酸（4.2.6）溶解残渣（如浑浊应过滤），合并于滤液中，取下，冷却。移入100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

1. 4.5.3.2根据试料中钛含量，按表1移取试液（4.5.3.1）两份，分别置于100 mL容量瓶中，并按表1补加相应体积的铝溶液（4.2.10），以下按4.5.3.3进行操作。但其中一份不加二安替吡啉甲烷溶液（4.2.9），以此补偿溶液为参比溶液。
2. 表1 分取试液体积、分取试液定容体积、补加酸量及稀释倍数

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 1. 钛的质量分数
2. /%
 | 1. 分取试液体积
2. /mL
 | 1. 补加铝溶液（4.2.9）体积/mL
 | 1. 定容体积
2. / mL
 | 1. 稀释倍数
2. （T）
 |
| 1. 0.0010～0.010
 | 1. 50.00
 | 1. 0
 | 1. 100
 | 1. 2
 |
| 1. >0.010～0.030
 | 1. 50.00
 | 1. 0
 | 1. 100
 | 1. 2
 |
| 1. >0.030～0.080
 | 1. 20.00
 | 1. 15.0
 | 1. 100
 | 1. 5
 |
| 1. >0.080～0.50
 | 1. 5.00
 | 1. 23.0
 | 1. 100
 | 1. 20
 |

1. 4.5.3.3加入25 mL硫酸（4.2.5），加水至80 mL，加入2滴硫酸铜溶液（4.2.7）、2 mL抗坏血酸溶液（4.2.8），混匀，加入10 mL二安替吡啉甲烷溶液（4.2.9），待溶液冷却至室温后，用水稀释至刻度，混匀。放置30 min。
2. 4.5.3.4将部分溶液（4.5.3.3）移入吸收池中，选择适当规格的吸收池，以补偿溶液（4.5.3.2）为参比，于分光光度计400 nm处测定吸光度，从工作曲线上查得相应的钛量（m1）。

4.5.4 工作曲线的绘制

4.5.4.1适用于质量分数0.0010 %～0.010 %钛量

1. 移取0 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、3.00 mL、5.00 mL钛标准溶液（4.2.12）于一组100 mL容量瓶中，分别加入25.0 mL铝溶液（4.2.10），以下按4.5.3.3步骤进行操作。

4.5.4.2 适用于质量分数＞0.010 %～0.50 %钛量

1. 移取0 mL、1.50 mL、3.00 mL、5.00 mL、8.00 mL、12.00 mL、16.00 mL钛标准溶液（4.2.12）于一组100 mL容量瓶中，分别加入25.0 mL铝溶液（4.2.9），以下按4.5.3.3步骤进行操作。
2. 4.5.4.3将部分系列标准溶液（4.5.4.1或4.5.4.2）移入吸收池中，以试剂空白溶液（未加钛标准溶液者）为参比，于分光光度计400 nm处测定吸光度，以钛量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。
3. 4.6 试验数据处理

4.6.1钛含量以钛的质量分数*ωTi*计，按公式（1）计算：

(1)

式中：

1. m0——称取试料的质量，单位为克（g）；
2. m1——从工作曲线上查得的钛量，单位为毫克（mg）；
3. T——稀释倍数。
4. 4.6.2 锌含量＜0.10 %时，计算结果表示至小数点后两位有效数字；锌含量≥0.10 %时，计算结果表示至小数点后两位。数值修约执行GB/T 8170-2008中3.2、3.3条款。

4.7 精密度

4.7.1 重复性

1. 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2数据采用线性内插法或外延法求得。
2. 表2 重复性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 1. *ωTi* /%
 | 1. 0.0052
 | 1. 0.019
 | 1. 0.12
 | 1. 0.50
 |
| 1. *r*/%
 | 1. 0.0005
 | 1. 0.002
 | 1. 0.02
 |  |

4.7.2 再现性

1. 在再现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3数据采用线性内插法或外延法求得。
2. 表3再现性限

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 1. *ωTi* /%
 | 1. 0.0052
 | 1. 0.019
 | 1. 0.12
 | 1. 0.50
 |
| 1. *R*/%
 | 1. 0.0006
 | 1. 0.005
 | 1. 0.03
 |  |

5 过氧化氢分光光度法

5.1 方法提要

1. 试样用氢氧化钠溶液溶解，用硫酸和硝酸的混合酸中和至酸性，加入过氧化氢使其显色，于分光光度计波长410 nm处，测量溶液的吸光度。

5.2 试剂

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合GB/T 6682规定的二级水。

5.2.1 氢氧化钠溶液（400 g/L，保存于聚乙烯瓶中）

5.2.2 硝酸（1+1）。

5.2.3 硫酸（1+1）。

5.2.4过氧化氢(1+9)。

5.2.5混合酸：500 mL水中加入160 mL硫酸（1+1）和34 0mL硝酸（ρ=1.42g/mL）。

5.2.6 钛标准溶液：称取0.1000g金属钛（*ω*Ti ≥99.9 %）于300mL烧杯中，加入50mL硫酸（5.2.3）和10mL盐酸（1+1）加热分解后再加入1mL硝酸（5.2.2），加热蒸发使之冒白烟。冷却后，小心加入约100 mL水，冷却至室温后，移入1000 mL容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1mL含0.1 mg钛。

5.3 仪器

1. 分光光度计。

5.4 试样

试样加工成厚度不超过1 mm的碎屑。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料

1. 按表4称取试样质量（m0），精确至0.0001 g。

5.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

5.5.3 测定

5.5.3.1将试料（5.5.1）置于300 mL烧杯中，盖上表皿，加入10mL氢氧化钠（5.2.1），待剧烈反应停止后，加热至完全溶解。冷却后，用少量水冲洗表皿及杯壁，边搅拌边加入50 mL混合酸（5.2.5），加热溶解盐类，再煮沸驱除氮的氧化物，冷却至室温。移入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.5.3.2按表5移取试液（5.5.3.1）两份，分别置于对应规格容量瓶中，加入混合酸（5.2.4），其中一份加入过氧化氢（5.2.4），另一份不加入过氧化氢（5.2.4），此溶液为补偿溶液；以水稀释至刻度，混匀。以水为参比，用适当规格的吸收池，于分光光度计410 nm处测定吸光度，减去补偿溶液的吸光度后，从工作曲线上查得相应的钛量（m1）。

1. 表4 称取质量、分取试液体积、分取试液定容体积、补加酸量及稀释倍数

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 钛的质量分数/% | 称取质量/g | 移取试液的体积/mL | 混合酸体积/mL | 过氧化氢体积/mL | 定容体积/mL | 稀释倍数T |
| 0.5～4.0 | 0.5 | 10.00 | 15 | 5 | 50 | 5 |
| >4.0～8.0 | 0.5 | 10.00 | 30 | 10 | 100 | 10 |
| >8.0～16.0 | 1. 0.2
 | 10.00 | 30 | 10 | 100 | 10 |

5.5.4 工作曲线的绘制

移取0 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL、12.00 mL钛标准溶液（5.2.6），分别置于8个50 mL容量瓶中，分别加入15 mL混合酸（5.2.5），5 mL过氧化氢（5.2.4），以水稀释至刻度，混匀。移取系列标准溶液于吸收池中，于分光光度计波长410nm处，以水为参比，测其吸光度。以钛量为横坐标，以减去试剂空白溶液的吸光度为纵坐标，绘制工作曲线。

5.6 分析结果的计算

5.6.1钛含量以钛的质量分数*ωTi*计，按公式（2）计算：

 (2)

式中：

m0——称取试料的质量，单位为克（g）；

m1——从工作曲线上查得的钛量，单位为毫克（mg）；

T——稀释倍数。

5.6.2 计算结果表示至小数点后两位。数值修约执行GB/T 8170-2008中3.2、3.3条款。

5.7 精密度

5.7.1 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)按照表5数据采用线性内插法或外延法求得。

表5重复性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ωTi* /% | 0.5 | 1 | 5.02 | 10.32 | 15.46 |
| *r*/% |  |  | 0.31 | 0.36 | 0.44 |

5.7.2 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6数据采用线性内插法或外延法求得。

表6再现性限

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| *ωTi* /% | 0.5 | 1 | 5.02 | 10.32 | 15.46 |
| *R*/% |  |  | 0.38 | 0.54 | 0.67 |

6 质量保证与控制

 分析时，用标准样品或控制样品进行校核，或每年至少用标准样品或控制样品对分析方法校核一次。当过程失控时，应找出原因。纠正错误后，重新进行校核。

7 试验报告

试验报告应包括下列内容：

a）本部分编号及名称；

b）关于识别样品、实验室、分析日期、报告日期等所有的必要的信息；

c）以适当的形式表达试验结果；

d）试验过程中出现的异常现象；

e）在本部分中没有明确说明或可选择的、可能影响结果的任何操作；

f）试验、审核等相关责任人的签名。