**铝及铝合金化学分析方法**

**第12部分：钛含量的测定**

编制说明

《铝及铝合金化学分析方法 第12部分：钛含量的测定》

编制组

主编单位：国标（北京）检验认证有限公司

2019年7月

铝及铝合金化学分析方法

第12部分：钛含量的测定

编制说明

一、工作简况（包括任务来源、协作单位、主要工作过程）

1 任务来源

2015年全国有色金属标准化技术委员会年会会议精神（2015年11月）和2016年8月在河北省邯郸市召开的全国有色金属标准化技术委员会会议精神，确定将GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》和YS/T 807《铝中间合金化学分析方法》等标准进行整合，补充完善GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》标准体系。2016年11月全国有色金属标准化技术委员会会议精神，明确了GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》标准体系中涵盖的测定元素及制修订项目原则。

根据全国有色金属标准化技术委员会于2018年3月在云南省昆明市召开了《铝及铝合金化学分析方法》国家标准任务落实会，对GB/T 20975.12—201X《铝及铝合金化学分析方法 第12部分：钛含量的测定》进行了讨论，并进行了制修订任务落实，会上确定了《铝及铝合金化学分析方法 第12部分：钛含量的测定》的起草基本思路。根据会议讨论安排，《铝及铝合金化学分析方法 第12部分：钛含量的测定》由国标（北京）检验认证有限公司和国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心共同负责修订。由国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心（联合起草）、华南理工大学、北京有色金属与稀土应用研究所、中铝材料应用研究院有限公司、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、昆明冶金研究院等单位负责复验复核工作。

2 项目编制工作组单位简介

**2.1 国标（北京）检验认证有限公司**

国标（北京）检验认证有限公司前身是北京有色金属研究总院分析测试技术研究所，是国家有色金属行业最知名的第三方检验机构。国标（北京）检验认证有限公司运营管理着国家有色金属及电子材料分析测试中心和国家有色金属质量监督检验中心，拥有一支基础理论扎实、实践经验丰富的研究和服务队伍，自2004年至今共承担了国家科技支撑计划、国家863计划、国家自然科学基金、军工配套等省部级科技项目40余项；曾获国家科技进步奖6项，国家发明奖3项，省部级科技进步一等奖10项，二、三等奖107项；近5年获得国家发明专利20余项；负责和参加起草制订分析方法国家标准、行业标准300余项；国家标准物质/标准样品120个，在国内外科技期刊上发表论文800余篇，撰写论著22部。

**2.2 国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心**

国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心（安徽）是国家质检总局批准在阜阳市产品质量监督检验所基础上成立的第三方法定检验机构，主要承担国家再生有色金属橡塑材料质量检验、有关标准的试验验证及制（修）订、检测技术研究开发等工作。中心已通过国家认监委和认可委组织的计量认证、审查认可和实验室认可“三合一”现场评审并获得授权，具有较成熟的技术能力和质量管理体系。现可开展再生有色金属、再生塑料、再生橡胶、再生纤维四大类22个产品176个项目的检验检测，达到国家质检中心的B级水平。中心拥有扫描电镜/能谱仪、波长色散X荧光光谱、直读光谱、红外光谱、热重分析仪、差热分析仪、凝胶色谱、原子吸收、材料试验机等一批国内外先进大中型设备，拥有两个国内外先进恒温恒湿实验室，主要设备达到国内先进水平，关键设备达到国际先进水平。中心现承担多项省部级、地市级科研项目，获得多项国家专利，主导和参与制定各级地方标准和行业标准多项，具有较强的科研能力。

**2.3 华南理工大学**

华南理工大学是直属教育部的全国重点大学，坐落在南方名城广州，占地面积约391万平方米，校园分为三个校区，是国家高水平大学建设（“985工程”）、“双一流”建设A类高校。华南理工大学成为以工见长，理工结合，管、经、文、法、医等多学科协调发展的综合性研究型大学。建校60多年来，学校为国家培养了高等教育各类学生38万多人，一大批毕业校友成为我国科技骨干、著名企业家和领导干部。

华南理工大学分析测试中心组建于1982年10月，是学校教学、科研和人才培养的公共支撑平台，同时面向社会开放，积极为广东省乃至全国的经济建设服务。中心现有专业技术教师和管理人员共30人，其中教授4名、副高职称12名、全部人员为硕士、博士学位。中心于2004年7月获得国家级实验室资质认定资格，是广东省大型科学仪器协作共用网的核心成员。中心装备了高分辨透射电镜、高分辨场发射扫描电镜、钨灯丝扫描电镜、扫描探针显微镜、电子探针、多功能光电子能谱仪、600兆超导核磁共振谱仪、高分辨液-质联用仪、时间飞行质谱仪、液-质联用仪、气-质联用仪、拉曼光谱仪、元素分析仪、X射线荧光光谱仪、单晶衍射仪、多晶衍射仪、电感耦合等离子发射光谱仪、原子吸收光谱仪、原子荧光光谱仪、碳硫分析仪等大型精密贵重仪器50台套，仪器总价值上亿元；拥有独立且相对集中的现代化实验室。作为国家级实验室资质认定合格单位，中心可向社会提供具有法律效力和证明作用的分析测试数据和结果。

**2.4 北京有色金属与稀土应用研究所**

北京有色金属与稀土应用研究所始建于1963年，2000年转制为全民所有制企业。研究所坚持自主创新，形成了稀贵金属功能材料与焊接材料、铝合金功能材料与焊接材料、其他有色金属材料研发生产体系。产品广泛应用于航空航天、电子信息、电力机械、兵器、环保、交通等国民经济主要行业和国家重点项目。为我国国防工业的发展做出了重要贡献，尤其在神舟系列飞船、嫦娥一期、嫦娥二期等发射任务中，作为运载火箭和卫星的重要基础材料供应单位，为国家的航天事业作出了突出贡献。研究所建立了理化检测分析平台拥有先进分析检测仪器，如质谱仪、原子吸收光谱仪、电感耦合等离子发射光谱仪、水浸超声扫描探伤仪、扫描电镜、显微硬度仪、热导率仪、热膨胀仪、热重天平等高端检测仪器50余台套。依托研究所建立了北京有色金属与稀土应用研究所理化中心（北京市冶金产品质量监督检验站）通过了中国合格评定国家认可委员会实验室认可和北京市检验检测机构资质认定，主要从事铝合金、铜合金、贵金属、钢铁、锡合金等6大类110种产品的检验检测和相关检测的技术支持服务。

**2.5 中铝材料应用研究院有限公司**

中铝材料应用研究院有限公司成立于 2017 年 3 月，为中国铝业集团有限公司全资子公司。前身为中铝科学技术研究院，是中铝集团按照中组部和国务院国资委要求入驻北京未来科学城的 15 家央企科研单位之一。本部设有“五部四所两中心”，四个科研所，两个专项中心。下设苏州分公司、中铝广州有色金属应用研究院。2018 年 1 月合资成立浙江中铝汽车轻量化科技有限公司。拥有以钣金成形试验机、双向拉伸试验机、滚边机器人等设备为代表的材料制备、热处理、形变加工、机械加工到冲压/拉弯/液压成形、焊接、表面处理工艺各类试验设备以及以 X 射线衍射仪、场发射扫描电镜、板材成形试验机、辉光光谱仪为代表的化学分析、力学性能分析、物理性能分析、金相分析以及微束分析各类检测仪器共计168台（套）。试验检验中心和苏州分析测试中心为国家CNAS认可机构，具备开展有色金属材料研究和应用技术开发的基本硬件条件。

**2.6 贵州省分析测试研究院**

贵州省分析测试研究院是依法设立的为社会提供公正科学数据的第三方检测机构，是政府财政全额拨款的公益型科研事业单位。创建于1935年9月，是由一批留学德、日等国从海外归国的爱国知识分子在贵州省自然科学领域最早建立的工科研究机构。在1990年通过省级《计量资格认证》（CMA）2700余项省级计量认证，2009年通过了《国家实验室认可》（CNAS资格认可）400多项。拥有HPLC、HPLC-MS、GC、GC-MS、ICP-AES、GPC、TOC、DOC、FTIR等各类仪器设备共计400余台（件），价值近8000万元，实验室面积达20000余平方米。承担并完成国家支撑计划、863课题、国家自然基金等多项国家级、省级科研项目。现有分析测试新方法和新技术研究成果80多项，在国内外重要期刊发表相关研究论文300余篇，参与起草和修订国家标准十余项，获得发明专利15项，出版专著500多篇（部）。

**2.7** **西安汉唐分析检测有限公司**

西安汉唐分析检测有限公司是西北有色金属研究院（集团）下属的第三方检测机构。1965年成立至今，公司已在西安宝鸡两地三区建成标准化实验室，检测面积10000余平方米，设备200余台（套），设备资产上亿元。现有员工124名，其中技术人员70余名（教授8名，高级工程师32名，注册计量师10名）。公司是国内最大的钛合金检测机构、国内最全面的金属复合材料检测机构、国内唯一核电堆芯材料的检测机构、金属材料全领域检测机构。公司是中国有色金属工业西北质量监督检验中心、陕西省有色金属产品质量监督检验站、陕西省有色金属材料分析检测与评价中心、陕西省核工业用金属材料检测与评价服务平台、稀有金属检测信息化管理及共享平台、稀有金属材料安全评估与失效分析中心、工业（稀有金属）产品质量控制和技术评价实验室的主体单位，同时被国家质量监督检验检疫总局确定为钛及钛合金加工产品、铜及铜合金管材和铝及铝合金生产许可证检验机构实施单位，先后通过国家认证认可监督委员会(CMA)、中国合格评定国家认可委员会(CNAS)和国防科技工业实验室认可委员会(DILAC)认证，是由政府部门授权、具有法定第三方公正地位的产品质量检验机构。

**2.8 中铝洛阳铜业有限公司**

中铝洛阳铜业有限公司是我国综合实力最强的有色金属加工企业，是国家特大型骨干企业和有色金属材料出口基地，建有国家级的技术中心。中铝洛阳铜业有限公司检测中心是承担理化检测、计量检定和环境监测业务的专业检测机构，是国内较早通过国家认可的实验室。中国有色金属工业重金属加工材质检站是国内唯一一家从事重有色金属加工材检测的第三方实验室 ，挂靠在中铝洛阳铜业有限公司检测中心。主要从事有色金属材料及矿冶产品的化学成分、组织结构、力学性能、物理性能、无损探伤等检测和试验研究。实验室设有生产技术科、商质检办公室、设备科、综合办公室、化学分析室、光谱分析室、金属物理室、力学性能室和试样制备室。实验室主持或参与了《铜及铜合金化学分析方法》、《铜及铜合金室温拉伸试验方法》等多项国家标准检验方法的起草和验证工作，是国家工业与信息化产业部认可的有色金属标准样品研制单位。出版发行了《铜及铜合金金相图谱》等多本专著。

**2.9 辽宁忠旺集团有限公司**

辽宁忠旺集团有限公司始创于1993年，为全球领先的铝加工产品研发制造商，主要从事于多元化的优质工业铝加工产品的研发、生产及销售，形成了以工业铝挤压、深加工以及铝压延三大核心业务并举的发展格局，并获得挪威船级社认证、欧洲铁路行业协会的IRIS认证、汽车行业质量管理体系认证（TS16949）、航空航天质量管理体系认证（AS9100）、欧盟的CE认证等一系列国际权威认证。目前，集团拥有国家级企业技术中心、国家地方联合工程研究中心、国家级博士后工作站、省级工程技术研究中心及重点实验室等机构，先后投入资金1.5亿元，建筑面积16378 m2，包括8个专业研究室、22个分析实验室，配有来自德、日、美、瑞士等国际先进科研设备和仪器200多台/套配备。先后承担了省部级以上科技计划项目40余项，获得科技成果40项，获得国家及省市各级科技奖励50余项，参与制修订标准60余项，获得国家专利467项，为“国家高新技术企业”。

**2.10 广西柳州银海铝业股份有限公司**

银海铝业股份有限公司成立于2009年，是由广西投资集团和广西柳州市产业投资发展集团有限公司共同出资组建的国有股份制企业，资产总额36亿元，年产能20万吨。公司拥有75T、50T熔铸生产线，以及国内首条具有自主知识产权辊面宽度最大的3300+ 2850mm“1+4”热连轧生产线，形成以交通运输用铝、建筑用铝、电子电气3C用铝及非标用铝四大产品体系，具有宽幅产品特色与优势。公司拥有检测与研发场地2000余平米，拥有各类检测设备100余套，可满足铝合金产品化学成分、力学性能、金相组织、环境模拟、热力试验、材料探伤、腐蚀性能等检测分析要求。公司建设有院士工作站，研发平台通过了自治区研发中心、自治区工程技术研究中心的认定，累计承担政府课题36项，获自治区、柳州市、阳和工业区重点工业建设奖、工业技术改造奖、技术创新奖、设备提升改造奖等20余项。公司参编国家标准18项，已发布7项；申请专利60项，已授权40项；发表各种科技论文30篇，SCI/EI 10篇。在全国有色金属标准化技术委员会、广西有色金属工业协会获技术标准优秀奖、优秀企业、质量管理奖、质量信用AAA级企业、“标准化达到国家标准AAAA级”等奖项10余项。

**2.11 山东南山铝业股份有限公司**

山东南山铝业股份有限公司形成了从能源-热电-氧化铝-电解铝-铝型材、熔铸-热轧-冷轧-箔轧的完整铝加工产业链，成为世界唯一一家短距离内拥有完整产业链的铝加工企业。 南山铝业中心实验室承担山东南山铝业股份有限公司氧化铝、氢氧化铝、铝及铝合金、高精度铝板带箔制品、铝型材、碳素制品、铝土矿、石灰石等产品、原材料的质量检测工作及水、大气、噪声等环境条件的监测。实验室作为氧化铝和铝锭生产控制过程及生产用原材料质量检测的专门机构。

**2.12 昆明冶金研究院**

昆明冶金研究院是云南冶金集团股份有限公司技术中心的核心研发机构，是云南省选冶新技术重点实验室、国家博士后科研工作站、国家科技部国际合作基地的依托单位，同时也是云南省湿法冶金工程技术研究中心、云南省铝电解节能减排工程技术研究中心、云南省铅冶金工程技术研究中心、云南省锰系列产品工程技术研究中心及云南省多晶硅产业化关键技术工程研究中心的主要依托单位，拥有云南省锗铜系列高新技术产品的技术开发创新团队、云南省铝电解冶金新技术创新团队、云南省加压湿法冶金技术应用研究创新团队、昆明市低成本多晶硅技术创新团队和昆明市铜及铜产品开发科技创新团队。分析测试研究部研究开发的分析方法汇编成方法集共23部，具有优良的科研传统和较强的研究能力；配备了目前世界上最为高端的诸多精密分析仪器，拥有ICCU-AES、ICCU-MS、GD-MS（辉光放电质谱）、X射线荧光光谱仪、X射线衍射仪、MLA（矿物解离度定量测定仪）、电子探针、光电直读光谱、原子荧光、原子吸收、分光光度计、高频红外碳硫分析仪等多套设备。

3 主要工作过程（征求意见过程，讨论会情况）和工作内容

3.1 征求意见

在当前国家“一带一路”、“中国制造2025”、国际产能和装备制造合作等战略发展形势下，随着国内外铁路、航空、电力和核发展等有力推动，促使轻量化结构材料---铝合金的需求量不断增长。随着铝工业的不断发展，产品质量的提高，用户需求的要求水平提高，出现了许多新增的铝合金牌号广泛应用于航空航天、国防军事装备领域及汽车等民用产品中。

现有的铝化学分析方法标准系列中锶含量的测定方法于2008年颁布，已使用11年，在标准使用过程中通过对各使用方的调研反馈，标准方法有的部分需要进行修订，根据国标委《国家标准委关于下达2017年第四批国家标准制修订计划的通知》（国标委综合〔2017〕128号）文件精神，国标（北京）检验认证有限公司对该标准进行了修订。

根据任务落实会议精神，国标（北京）检验认证有限公司成立了起草项目组。项目组由长期负责标准制修订的高级工程师担任组长，高级工程师、工程师及硕士担任组员。2018年3月14日～17日，全国有色金属标准化技术委员会在云南省昆明市召开了有色金属标准工作会议，会议上讨论，形成征求意见稿，之后广泛征求相关单位意见，再根据各单位意见形成预审稿。

3.2 讨论会

根据任务落实会议精神，我司成立《铝及铝合金化学分析方法》起草课题小组，明确了标准的进度安排、任务分工、确定了编制标准的工作计划及技术路线，完成相应的方法研究工作，完成标准相关工作。

2018年3月14日～3月17日在云南省昆明市组织召开有色金属标准工作会议。对《铝及铝合金化学分析方法 第12部分：钛含量的测定 》标准进行了任务落实，批准了由国标（北京）检验认证有限公司负责修订，由国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心（联合起草）、华南理工大学、北京有色金属与稀土应用研究所、中铝材料应用研究院有限公司、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10家单位参与修订，并确定了该标准的完成时间节点。

编制组对铝企业、用户进行了调研，征求对《铝及铝合金化学分析方法 第12部分：钛含量的测定 》的意见，广泛收集国内外关于铝及铝合金中钛含量的测定技术资料，进行汇总整理，经过认真分析、研究和讨论，于2019年4月形成标准草案稿。草案稿形成后及时发送相关生产企业、用户和科研机构征求意见，相关专家对本标准的草案稿提出了宝贵意见和建议，标准编制小组对所有反馈的意见和建议讨论后进行了修改完善，形成了征求意见稿。

标准编制小组与国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中、华南理工大学、北京有色金属与稀土应用研究所、中铝材料应用研究院有限公司、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等联系，对标准进行复验和复核验证。参与单位对征求意见稿和试验报告提出了一些中肯的意见和建议。截止2019年7月，起草项目组汇总上述意见和建议，对征求意见稿进行了修改，形成了预审稿。

二、 标准编制原则

2018年1月国标（北京）检验认证有限公司组建了《铝及铝合金化学分析方法 第12部分：钛量的测定》中方法标准的起草小组、撰写开题报告，落实课题组长及课题成员的任务，确定标准编审原则如下：

1、符合性：该标准按照GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的要求对本部分进行了编写。

2、合理性：以满足我国铝及铝合金产品实际生产和使用的需要为原则，与实际相结合，提高标准的适用性。反映当前国内各生产企业的技术水平，宜于应用，经济上合理，兼顾现有资源的合理配置，提高了标准的可操作性。

3、先进性：该方法操作简便，系统稳定，工作效率高，精密度和准确度好，能很好地满足产品的需要。

三、确定标准主要内容的依据

二安替吡啉甲烷分光光度法

本方法来源于GB/T 20975.12－2008，等同采用原方法，是测定钛比较成熟的方法。适用于铝及铝合金和中钛的测定，查阅相关资料，对抗坏血酸用量、显色时间、工作曲线及方法灵敏度等因素进行了考察，并进行了精密度试验和加标回收试验。具体工作内容如下：

1.还原剂抗坏血酸用量试验

根据文献调研可知，铁和钒与二安替比林甲烷溶液络合，严重影响钛的测定，从铝合金的含量可以看出*w*Fe<2%,*w*v<0.4%,移取2mL钛标准溶液(2.1.12)于一组250ml烧杯中，分别加入5mgFe和1mgV，固定其它试验条件不变，加入不同体积的抗坏血酸（2.1.8），按照上述试验方法进行测定，结果见表1。

表1

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 抗坏血酸  用量/ml | 0.00 | 0.05 | 1.00 | 1.50 | 2.00 | 3.00 |
| 吸光度A | 0.0822 | 0.0792 | 0.0746 | 0.0681 | 0.0615 | 0.0617 |

从表1得出结论，抗坏血酸加入量为0-1.5ml时，吸光度波动较大，说明Fe3+和V5+等干扰离子没有完全被还原，影响测定结果，加入量为2ml、3ml时，吸光度较稳定，所以选择加入抗坏血酸的体积为2ml。

2.显色时间选择

移取2ml钛标准溶液(1.12)于一组250ml烧杯中，固定其它试验条件不变，选择不同的显色时间，按照上述方法进行测定，结果见表2。

表2

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 显色时间/min | 0 | 5 | 10 | 25 | 30 | 35 |
| 吸光度A | 0.0012 | 0.0144 | 0.0341 | 0.0637 | 0.0635 | 0.0640 |

从表2可以看出，显色时间较短，显色不完全，在25-35分钟时，吸光度较稳定，所以选择放置30min进行比色效果较好。

3.工作曲线及方法灵敏度

分别移取0.00 mL、1.50mL、3.00mL、5.00mL、8.00mL、12.00 mL、16.00 mL钛标准溶液（1.12）于一组100 mL容量瓶中，按照上述试验方法进行测定。以钛量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线，结果见图1所示。

图1 二安替吡啉甲烷分光光度法测钛的工作曲线

从图1结果中可以看出，溶液中钛含量在0 mg/L~1.60 mg/L范围内与其吸光度符合朗伯比尔定律。得到的线性回归方程为y = 2.628x - 0.0003，线性相关系数R² = 0.9999，表观摩尔吸光系数为1.26\*104 L/(mol\*cm)

4.精密度实验

按照选定的实验方法对两个铝合金样品分别进行11次独立测试，测定结果见表3所示。

表3 精密度试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 1# | 0.0053、0.0054、0.0050、0.0049、0.0053、0.0049、0.0053、0.0053、0.0052、0.0050、0.0050 | 0.0051 | 0.0002 | 3.75 |
| 2# | 0.018、0.017、0.018、0.018、0.018、0.018、0.018、0.018、0.018、0.018、0.018 | 0.018 | 0.0003 | 1.69 |
| 3# | 0.12、0.12、0.11、0.12、0.12、0.11、0.12、0.12、0.12、0.12、0.12 | 0.12 | 0.0040 | 3.42 |

从表3中结果可以看出，两个铝合金样品的测定RSD在1.69%-3.75%之间，该方法精密度良好。

5.加标回收试验

表4 加标回收试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 样品中含钛量/ug | 加入钛量  /ug | 测得钛量  /ug | 回收率  /% |
| 2# | 90.27 | 100 | 187.86 | 98.23 |
| 150 | 238.42 | 105.14 |
| 3# | 602.64 | 500 | 1088.55 | 101.36 |
| 1000 | 1579.58 | 97.25 |

从表4结果可以看出，两个铝合金样品的测定RSD在97.25%-105.14%之间，该方法准确度良好。

过氧化氢分光光度法

本方法来源于GB/T 20975.12－2008，等同采用原方法，是测定钛比较成熟的方法。适用于铝及铝合金中钛的测定，但为了谨慎起见，仍查阅了相关资料，根据铝及铝合金、铝中间合金的样品特点，对显色时间、显色剂用量、共存元素干扰等因素进行了考察，并进行了精密度试验和加标回收试验。

1 工作曲线及方法灵敏度

分别移取0.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、6.00 mL、8.00 mL、10.00 mL钛标准溶液（1.6）于一系列50 mL容量瓶中，按照选定的试验方法进行测定。以钛量为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线，结果如图2所示。

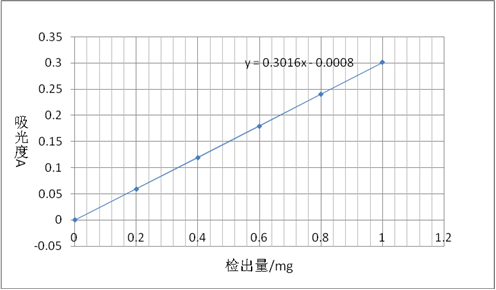


图2 过氧化氢分光光度法测钛的工作曲线图

从图2结果中可以看出，溶液中锰含量在4 mg/L~20 mg/L范围内与其吸光度符合朗伯比尔定律。得到的线性回归方程为y＝0.3016x＋0.0008，线性相关系数R2=0.9999，方法的表观摩尔吸光系数为0.720×103 L/(moL·cm)。

2 显色时间影响试验

方法中未提到显色时间，严谨考虑，考察了不同显色时间对吸光度值的影响。准确称取0.50g的两种样品，置于一组300 mL聚四氟乙烯烧杯中，按照表1的分取体积，固定其它试验条件不变，考察不同显色时间对吸光度的影响。结果如表5所示。

表5显色时间的影响试验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 样品名称 | 分取体积/mL | 显色时间/min | 吸光度A |
| AlTi5 | 5.00 | 5 | 0.1921 |
| AlTi5 | 5.00 | 10 | 0.1932 |
| AlTi5 | 5.00 | 15 | 0.1914 |
| AlTi10 | 2.00 | 5 | 0.1544 |
| AlTi10 | 2.00 | 10 | 0.1556 |
| AlTi10 | 2.00 | 15 | 0.1538 |

从表16结果中可以看出，在一定的时间范围内，显色时间对钛的测定几乎没有干扰。

3 显色剂用量影响试验

原方法中显色剂用量为5mL，此次方法修订将钛含量范围0.50%~7.50%扩为0.50%~10.0%。为了保证显色完全，对显色剂过氧化氢的用量进行试验。准确移取一定量的钛标准溶液（1.6）于一组50 mL容量瓶中，分别加入不同量的过氧化氢，固定其它试验条件不变，考察不同显色剂用量对吸光度的影响。结果如表6所示。

表6显色剂用量影响试验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 溶液中含钛量/μg | 显色剂用量/mL | 测得钛量/μg | 回收率 |
| 600 | 5 | 608.1 | 101.4 |
| 600 | 7.5 | 613.4 | 102.2 |
| 600 | 10 | 593.8 | 98.97 |
| 1000 | 5 | 1012 | 101.2 |
| 1000 | 7.5 | 995.7 | 99.57 |
| 1000 | 10 | 1023 | 102.3 |

从表17结果中可以看出，显色剂用量为5 mL时，已可保证溶液显色完全。

4铝基体干扰

铝是基体元素，在显色体系中含量较高，因此需要考察铝对钛测定结果的影响。准确移取一定量的钛标准溶液（1.6）于一组50 mL容量瓶中，分别加入不同量的Al，固定其它试验条件不变，考察不同量的Al对钛检出量的影响。结果如表7示。

表7Al的干扰试验

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 溶液中含钛量/μg | 加入Al量/μg | 测得钛量/μg | 回收率/% |
| 150 | 2000 | 152.7 | 101.8 |
| 300 | 2000 | 297.3 | 99.1 |
| 450 | 5000 | 453.5 | 100.7 |
| 600 | 5000 | 598.2 | 99.7 |
| 800 | 10000 | 794.8 | 99.4 |

从表18结果中可以看出，基体元素Al对钛的测定几乎没有干扰。

5精密度试验

按照选定的实验方法对三个铝合金样品分别进行11次独立测试，测定结果见表8所示。

表8 精密度试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差r | 相对标准偏差R |
| AlTi5 | 5.06、5.12、5.01、5.09、4.95、5.13、4.98、5.14、5.02、4.89、5.05 | 5.04 | 0.079 | 1.57 |
| AlTi10 | 10.40、10.32、10.42、10.29、10.33、10.25、10.19、10.47、10.26、10.39、10.34 | 10.33 | 0.083 | 0.80 |
| AlTi15 | 15.32、15.36、15.45、15.55、15.46、15.28、15.41、15.38、15.33、15.44、15.52 | 15.41 | 0.081 | 0.53 |

从表8中结果可以看出，三个铝合金样品的测定RSD在0.5%~1.6%之间，该方法精密度良好。

6加标回收试验

表9加标回收试验结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品编号 | 样品中含钛量/mg | 加入钛量  /mg | 测得钛量  /mg | 回收率  /% |
| AlTi5 | 25.31 | 15.00 | 41.36 | 107.0 |
| 30.00 | 58.18 | 109.6 |
| AlTi10 | 51.84 | 25.00 | 77.72 | 103.5 |
| 50.00 | 99.53 | 95.4 |

从表9结果中可以看出，两个铝合金样品的加标回收率在95.4%~109.6%之间，该方法测量准确度良好。

四、验证结果汇总

1、二安替吡啉甲烷分光光度

贵州省分析测试研究院按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的3个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表1。

表1 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 1# | 0.0048、0.0055、0.0047、0.0057、0.0053、0.0049、0.0056、0.0053、0.0052、0.0050、0.0052 | 0.0052 | 0.00032 | 6.26 |
| 2# | 0.023、0.023、0.024、0.022、0.022、0.020、0.023、0.022、0.022、0.022、0.022 | 0.022 | 0.00101 | 4.53 |
| 3# | 0.11、0.11、0.10、0.10、0.11、0.11、0.11、0.11、0.11、0.11、0.11 | 0.11 | 0.0041 | 3.74 |

**中铝洛阳铜业有限公司**按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的3个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到6个数据，分析结果见表2。

表2 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 1# | 0.0052 、0.0050 、0.0051 、0.0049 、0.0048  0.0050 | 0.0050 | 0.0001 | 2.00 |
| 2# | 0.0179、0.0182、0.018、0.0182、0.0183、0.0182 | 0.0181 | 0.0001 | 0.67 |
| 3# | 0.124、0.122、0.124、0.129、0.124、0.122 | 0.124 | 0.0016 | 1.30 |

**昆明冶金研究院**按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的3个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表3。

表3 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 1. 样品 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 1. 1# | 1. 0.0051、0.0052、0.0050、0.0054、0.0053、0.0054、0.0053、0.0052、0.0052、0.0051、0.0051 | 1. 0.0052 | 1. 0.0001 | 1. 2.50 |
| 1. 2# | 1. 0.018、0.019、0.019、0.018、0.019、0.019 2. 0.019、0.018、0.018、0.018、0.018 | 1. 0.018 | 1. 0.0007 | 1. 3.93 |
| 1. 3# | 1. 0.11、0.12、0.12、0.12、0.12、0.12、0.11 2. 0.12、0.11、0.11、0.12 | 1. 0.12 | 1. 0.0063 | 1. 5.27 |

**国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心**按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的3个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表4

表4 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 1# | 0.0054、0.0053、0.0050、0.0052、0.0054  0.0053、0.0054、0.0053、0.0052、0.0051  0.0054 | 0.0053 | 0.0001 | 2.60 |
| 2# | 0.020、0.020、0.020、0.020、0.020、0.020  0.019、0.020、0.019、0.020、0.020 | 0.020 | 0.0004 | 2.04 |
| 3# | 0.13、0.12、0.12、0.12、0.12、0.12、0.12  0.13、0.13、0.12、0.12 | 0.12 | 0.0047 | 3.81 |

**中铝材料应用研究院有限公司**按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的3个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表5

表5 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 1# | 0.0050、0.0051、0.0049、0.0048、0.0048  0.0049、0.0047、0.0051、0.0050、0.0051  0.0049 | 0.0049 | 0.0001 | 2.88 |
| 2# | 0.018、0.018、0.019、0.018、0.019、0.019  0.019、0.019、0.018、0.019、0.019 | 0.019 | 0.0005 | 3.71 |
| 3# | 0.11、0.12、0.11、0.12、0.11、0.12、0.12  0.12、0.11、0.12、0.12 | 0.12 | 0.005 | 4.34 |

**北京有色金属与稀土应用研究所**按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的3个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表6

表6 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 1. 样品名称 | 1. 测定结果/% | 1. 平均值/% | 1. 标准偏差/% | 1. 相对标准偏差/% |
| 1. 1# | 1. 0.0050、0.0052、0.0054、0.0051、0.0050、0.0052、0.0053、0.0054、0.0051、0.0052、0.0051 | 1. 0.0052 | 1. 0.0001 | 1. 2.69 |
| 1. 2# | 1. 0.018、0.016、0.018、0.017、0.017、0.018、0.016、0.018、0.019、0.018、0.018 | 1. 0.018 | 1. 0.0009 | 1. 4.94 |
| 1. 3# | 1. 0.12、0.12、0.12、0.13、0.12、0.12、0.12、0.12、0.13、0.13、0.13 | 1. 0.12 | 1. 0.0048 | 1. 4.00 |

**西北有色金属研究院**按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的3个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表7

表7 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 试样编号 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| Ti | 1# | 0.0051、0.0052、0.0055、0.0054、0.0058、0.0059、0.0048、0.0054、0.0052、0.0051、0.0053 | 0.0053 | 0.0003 | 5.94 |
| 2# | 0.0167、0.0177、0.0175、0.0173、0.0176、0.0169、0.0182、0.0172、0.0176、0.0171、0.0180 | 0.0175 | 0.0004 | 2.42 |
| 3# | 0.106、0.104、0.102、0.105、0.110、0.106、0.105、0.108、0.109、0.106、0.111 | 0.107 | 0.0027 | 2.53 |

**华南理工大学**按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的3个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表8。

表8 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 1# | 0.0051、0.0056、0.0058、0.0046、0.0048  0.0049、0.0050、0.0046、0.0047、0.0051  0.0053 | 0.0053 | 0.0004 | 7.92 |
| 2# | 0.018、0.019、0.017、0.016、0.018、0.017  0.016、0.018、0.019、0.016、0.017 | 0.017 | 0.0011 | 6.59 |
| 3# | 0.11、0.12、0.13、0.10、0.12、0.12、0.11  0.12、0.10、0.11、0.12 | 0.12 | 0.0093 | 8.49 |

**广西柳州银海铝业有限公司**按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的3个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表9。

表9 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差/% | 相对标准偏差/% |
| 1# | 0.0056、0.0056、0.0056、0.0056、0.0056 0.0060、0.0060、0.0060、0.0060、0.0060、 0.0060 | 0.0058 | 0.0002 | 3.45 |
| 2# | 0.018、0.018、0.017、0.018、0.017、0.017 0.017、0.018、0.017、0.017、0.019 | 0.018 | 0.0007 | 3.67 |
| 3# | 0.11、0.12、0.12、0.11、0.12、0.12、0.13、0.13、0.13、0.13、0.13 | 0.12 | 0.0075 | 6.25 |

表10 重复性限、再现性限计算结果

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品 | 0.0052 | 0.019 | 0.12 | 0.50 |
| *r* / % | 0.0005 | 0.002 | 0.02 |  |
| R / % | 0.0006 | 0.005 | 0.03 |  |

2、过氧化氢分光光度法

**中铝材料应用研究院**有限公司按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的两个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表11。

表11 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差r | 相对标准偏差R |
| AlTi5 | 5.02、4.92、5.09、4.92、4.91、5.03、4.88、5.09、5.02、4.96、5.07 | 4.99 | 0.081 | 1.63 |
| AlTi10 | 10.03、10.04、10.11、9.87、10.17、10.05、10.03、10.05、9.91、10.03、9.95 | 10.02 | 0.086 | 0.85 |
| AlTi15 | 15.45、15.51、15.49、15.56、15.45、15.55、15.63、15.59、15.41、15.54、15.39 | 15.51 | 0.073 | 0.47 |

**北京有色金属与稀土应用研究所**按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的两个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表11。

表12 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差r | 相对标准偏差R |
| AlTi5 | 5.03、5.41、5.33、5.06、5.51、5.01、5.31、5.03、4.97、5.11、5.44 | 5.20 | 0.200 | 3.85 |
| AlTi10 | 10.59、9.99、10.76、10.60、10.51、10.73、10.40、10.65、10.65、10.60、10.36 | 10.53 | 0.217 | 2.06 |
| AlTi15 | 15.47、15.56、15.42、15.52、15.56、15.42、15.50、15.42、15.36、15.27、15.40 | 15.44 | 0.088 | 0.57 |

**国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心**研究所按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的两个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到7个数据，分析结果见表13。

表13 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差r | 相对标准偏差R |
| AlTi5 | 4.96、4.99、4.71、4.92、4.94、4.91、5.00 | 4.92 | 0.098 | 1.99 |
| AlTi10 | 10.24、10.08、10.23、10.22、10.12、10.21、10.04 | 10.16 | 0.081 | 0.80 |
| AlTi15 | 15.551、15.580、15.968、15.017、15.484、15.315、16.128、15.297、15.475 | 15.54 | 0.339 | 2.18 |

**贵州省分析测试研究院**按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的两个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表14。

表14 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差r | 相对标准偏差R |
| AlTi5 | 5.15、5.10、5.23、5.16、4.88、5.18、5.30、5.08、5.09、5.11、5.06 | 5.12 | 0.107 | 2.09 |
| AlTi10 | 10.69、10.28、10.59、10.78、10.84、10.52、10.34、10.57、10.39、10.68、10.57 | 10.56 | 0.178 | 1.68 |
| AlTi15 |  |  |  |  |

**西北有色金属研究院**按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的两个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表15。

表15 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差r | 相对标准偏差R |
| AlTi5 | 5.130、5.044、5.012、4.882、5.020、4.811、4.785、5.103、4.956、4.822、4.921 | 4.953 | 0.11903 | 2.40 |
| AlTi10 | 10.43、10.37、10.27、10.33、10.45、10.19、10.24、10.36、10.28、10.22、10.25 | 10.31 | 0.08600 | 0.83 |
| AlTi15 | 15.65;15.72;15.37;15.45;15.63;15.34;15.71;15.55;15.53;15.69;15.77 | 15.58 | 0.14629 | 0.94 |

**中铝洛阳铜业有限公司**按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的两个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到6个数据，分析结果见表16。

表16 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差r | 相对标准偏差R |
| AlTi5 | 4.96、4.85、5.0、4.96、4.96、5.21 | 5.00 | 0.077 | 1.53 |
| AlTi10 | 10.38、10.37、10.33、10.33、10.20、10.35 | 10.33 | 0.042 | 0.41 |
| AlTi15 | 15.40、15.46、15.52、15.65、15.72、15.59 | 15.56 | 0.12 | 0.77 |

**辽宁忠旺集团有限公司**按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的两个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表17。

表17 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差r | 相对标准偏差R |
| AlTi5 | 5.00、4.98、4.96、4.93、5.08、5.00、5.02、5.00、5.03、5.01、5.06 | 5.01 | 0.042 | 0.844 |
| AlTi10 | 10.29、10.24、10.27、10.22、10.31、10.31  10.17、10.24、10.27、10.35、10.20 | 10.26 | 0.053 | 0.518 |
| AlTi15 |  |  |  |  |

**广西柳州银海铝业股份有限公司**按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的两个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表18。

表18 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差r | 相对标准偏差R |
| AlTi5 | 5.06 4.89 5.07 5.19 5.13 4.93 5.15 5.15 5.02 5.19 4.91 | 5.06 | 0.11 | 2.10 |
| AlTi10 | 10.41 10.41 10.38 10.38 10.39 10.38 10.59 10.37 10.39 10.38 10.24 | 10.39 | 0.08 | 0.73 |
| AlTi15 | 15.18 15.24 15.54 15.13 15.17 15.58 15.34 15.49 15.11 15.36 15.52 | 15.33 | 0.18 | 1.17 |

**山东南山铝业股份有限公司**按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的两个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表19。

表19 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差r | 相对标准偏差R |
| AlTi5 | 5.11 4.98 5.11 5.11 4.95 4.87 5.08 4.93 4.89 5.02 5.09 | 5.01 | 0.093 | 1.85 |
| AlTi10 | 10.23 10.20 10.25 10.31 10.28 10.22 10.27 10.23 10.15 10.16 10.28 | 10.23 | 0.050 | 0.49 |
| AlTi15 | 15.24、15.36、15.18、15.36、15.42、15.42  15.06、15.12、15.36、15.24、15.18 | 15.27 | 0.124 | 0.81 |

**华南理工大学**按照《试验报告》进行了复验，对不同含钛量的两个铝及铝合金样品进行独立分析，各得到11个数据，分析结果见表20。

表20 样品分析及结果对照

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 样品  名称 | 测定结果/% | 平均值/% | 标准偏差r | 相对标准偏差R |
| AlTi5 | 4.75、4.87、5.12、4.96、5.10、4.89、4.96、5.06、5.11、4.99、4.86 | 4.97 | 0.120 | 2.43 |
| AlTi10 | 10.54、10.34、10.45、10.49、10.36、10.56、10.38、10.43、10.32、10.59、10.25 | 10.43 | 0.109 | 1.05 |
| AlTi15 |  |  |  |  |

表21重复性限、再现性限计算结果

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 序号 | AlTi5 | AlTi10 | AlTi15 |
| 重复性限  r | 0.31 | 0.36 | 0.44 |
| 再现性限  R | 0.38 | 0.54 | 0.67 |

通过多家单位验证，结果表明：国标（北京）检验认证有限公司负责修订的GB/T 20975.12-201X《铝及铝合金化学分析方法 第12部分：钛含量的测定》具有适用性和可操作性。本法操作简单快速、结果准确、精密度好，适合作为国家标准分析方法。

五、标准征求意见汇总处理表

1、标准项目名称：铝及铝合金化学分析方法 第12部分：钛量的测定 方法2过氧化氢分光光度法

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
|  |  | 建议方法中备注使用金属纯钛制作标准曲线。 | 国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心 | 不采纳 | 标准文本已有注明 |
|  |  | 1.建议1.6中钛标准溶液的浓度为0.2mg/mL;/  2.标准曲线中取200ug、400ug，600ug，800ug，1000ug，1200ug，1400ug，线性良好，因此AlTi10的样品可以取5mL。 | 中铝材料应用研究院有限公司 | 建议1不采纳，建议2采纳 |  |
|  |  | 1.标准按照GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》、GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》对标准文本进行修改；  2.AlTi5样品均匀性不太好。 | 西北有色金属研究院 | 建议1采纳  建议2不采纳 | 从验证单位结果来看，AlTi5样品均匀性没有问题。 |
|  |  | 1.计算公式的表示形式可改为以下形式便于理解和使用：ω(Ti)=    2.标准中应统一规定使用2cm的比色皿。  3.按照产品标准，Ti分析上限应扩至11.0%为宜。 | 中铝洛阳铜业有限公司 | 建议1不采纳建议2采纳 | 标准公式有统一格式，公式形式符合常用形式  比色皿规格标准中有注明 |
|  |  | 回函同意，无意见 | 华南理工大学 |  |  |
|  |  | 回函同意，无意见 | 北京有色金属与稀土应用研究所 |  |  |
|  |  | 回函同意，无意见 | 贵州省分析测试研究院 |  |  |
|  |  | 回函同意，无意见 | 广西柳州银海铝业股份有限公司 |  |  |
|  |  | 回函同意，无意见 | 山东南山铝业股份有限公司 |  |  |
|  |  | 回函同意，无意见 | 辽宁忠旺集团有限公司 |  |  |

2、标准项目名称：铝及铝合金化学分析方法 第12部分：钛量的测定 方法2 二安替吡啉甲烷分光光度法。

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 序号 | 标准章条编号 | 意见内容 | 提出单位 | 处理意见 | 备注 |
|  | 1、4.3.2 表1  2、4.4（4.4.1、4.4.2） | 分取体积和补加铝基体体积建议修改。  标准曲线建议修改，补加铝基体和盐酸体积量修改  3、钛含量的测定是否考虑铝中间合金 | 中铝材料应用研究院有限公司 | 1，2采纳  3不采纳 | 此方法给定的钛测定范围为0.001%～0.50%，查阅GB/T27677-2017中铝中间合金牌号和化学成分可知大部分铝中间合金中钛含量很低或者高于0.5%，不适用于此方法。 |
|  | 1、4.3.2 表1  2、1.9  3、4.3.3  4、4.4.1、4.4.2  5、4.4.2  6、8.2 | 1、建议表1中钛的质量分数分段连续，将“>0.0050%～0.030%”改为“>0.010%～0.030%”；  2、为保持标准曲线及待测样品中还有等量的铝基体，建议将“1.9铝溶液”浓度由“20mg/mL”改为20mg/mL；  3、建议4.3.3 条“加水至60mL~70mL”改为“加水至约80mL”；  4、建议4.4.1、4.4.2中“分别加入20.0ml铝溶液（3.9），”改为“分别加入25ml铝溶液（3.9）”，  5、建议4.4.2 中钛的质量分数“>0.0050%～0.50%”改为“> 0.03%～0.50%”；  6、建议讨论稿中8.2条改为“再现性条款”。 | 华南理工大学 | 1、4采纳  2、3、5、6不采纳 | 2、3条建议对试验无影响  第5条建议4.4.2 中>0.0050%～0.50%可修改为>0.010%～0.50%范围的工作曲线 |
|  | 4.3.3 | 1、4.3.3加入25ml的硫酸溶液（1.5），加水至60ml-70ml，加入2滴硫酸铜溶液（1.7）、2.0ml抗坏血酸溶液（1.8），混匀，加入10.0ml二安替吡啉甲烷溶液（1.10），用水稀释至刻度，混匀。这部分在“2.0ml抗坏血酸溶液（1.8），混匀，加入10.0ml二安替吡啉甲烷溶液（1.10）” 中，应改为“2.0ml抗坏血酸溶液（1.8），混匀，待溶液颜色黄色退去后，加入10.0ml二安替吡啉甲烷溶液（1.10）”  如不等溶液黄色退去就加入10.0ml二安替吡啉甲烷溶液（1.10），会导致测定结果偏高。  2、4.3.3加入25ml的硫酸溶液（1.5），加水至60ml-70ml，加入2滴硫酸铜溶液（1.7）、2.0ml抗坏血酸溶液（1.8），混匀，加入10.0ml二安替吡啉甲烷溶液（1.10），用水稀释至刻度，混匀。这部分在“加入10.0ml二安替吡啉甲烷溶液（1.10），用水稀释至刻度，混匀” 中，应改为“加入10.0ml二安替吡啉甲烷溶液（1.10），用冷水冷却至室温后用水稀释至刻度，混匀”  若不用冷水将溶液冷却至室温，溶液体积由于受热胀冷缩的影响，导致测定结果不准确。 | 昆明冶金研究院 | 1不采纳  2采纳 | 1、加完抗坏血酸混匀后并未出现黄色，加入二安替比林甲烷溶液以后混匀溶液才会出现黄色，400nm显色颜色为黄色。 |
|  | 4.3.2  表1 | 建议当钛含量为0.080%~0.50%时，“分取3.00mL试液”改为“分取5.00mL试液”，工作曲线做出相应调整。3.00mL移液管较少且分取引入的误差比较大 | 西北有色金属  研究院 | 采纳 | － |
|  | 4.3.2’ 表1 | 因标准规定称样量较前一版本减半，建议测定0.0050～0.50%Ti含量时比色皿选用2cm为宜。 | 中铝洛阳铜加工有限公司 | 不采纳 | 1cm比色皿可以满足实验要求 |
|  |  | 回函同意，无意见。 | 广西柳州银海铝业有限公司 | － | － |
|  |  | 回函同意，无意见。 | 国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心 | － | － |
|  |  | 回函同意，无意见。 | 北京有色金属与稀土应用研究所 | － | － |
|  |  | 回函同意，无意见。 | 贵州省分析测试研究院 | － | － |

六、标准的水平分析

1、国际、国外同类标准水平的对比分析

GB/T 20975.12-201X《铝及铝合金化学分析方法 第12部分：钛含量的测定》中方法钛的测定范围由0.05%～7.50%扩大为0.05%～10.0%。本标准涉及内容全面、条款详细，在制定过程中吸纳了国内、外最新相关技术，达到了国际先进水平。

2、与现有标准及制定中标准协调配套的情况

本标准是GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》系列国家标准中的一部分，与GB/T 1196-2017《重熔用铝锭》、GB/T 8733-2016《铸造铝合金锭》、GB/T 3190-2008《变形铝及铝合金化学成分》等标准相配套，主要应用于分析铝及铝合金产品中钛含量；同时又与GB/T 20975.25《铝及铝合金化学分析方法 第25部分：电感耦合等离子体原子发射光谱法》和GB/T 7999-2015《铝及铝合金光电直读发射光谱分析方法》互相配合，互为补充、衔接配套。

七、与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

1、本标准与现行标准属于协调一致标准，是属于为现有标准服务配套标准。

2、本标不涉及与任何国家法律、法规、规章及强制国家标准冲突问题，标准的制定符合国家相关法律、法规、规章的要求。本标准所引用的规范性文件全部是我国现行有效的国家标准或行业标准，是本标准的一部分，引用这些标准后，使本标准等要求与现行的相关法律、法规、规章及相关标准的关系不矛盾、不冲突，其相互关系非常协调。

八、标准中如涉及专利，应有明确的知识产权说明

本标准不涉及任何专利或知识产权。

九、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

十、标准作为强制性或推荐性的建议

本标准是GB/T 20975《铝及铝合金化学分析方法》系列国家标准中的一部分，建议本标准为推荐性国家标准。

十一、贯彻标准的要求和措施建议

建议相关部门组织贯彻本标准的实施，采取有效措施向铝及铝合金产品的设计、生产、应用单位以及有关的检测机构宣贯本标准。建议本标准尽快发布，各相关单位及科研院所尽快开始执行本标准。

组织措施：建议由国家标准化管理委员会轻金属标准化委员会组织贯彻本标准的相关活动，利用各种条件，如工作组活动、标委会管理及活动、标准化技术期刊刊登、相关官网网上发布等。

技术措施：通过专家培训、技术交流等措施进行宣贯执行。

过渡办法：无。

十二、废止现行有关标准的建议

本标准颁布实施后，建议废止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》。

十三、其他应予说明的事项

本标准遵守下列基础标准：

GB/T 1.1-2009 标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则

GB/T 20001.4-2015 标准编写规则 第4部分：试验方法标准

GB/T 17433 冶金产品化学分析基础术语 14

GB/T 11792 测试方法的精密度在重现性或再现性条件下所得测试结果可接受的检查和最终测试结果的确定

GB/T 3101 有关量、单位和符合的一般原则

GB/T 3102.8 物理化学和分子物理学的量和单位

GB/T 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

十四、预期效果

近些年来，我国有色金属的发展日新月异，产量和质量都得到了极大的提高，其中铝作为主要的有色金属占有及其重要的地位，电解铝的产量已突破4000万吨，牢牢占据世界首位。随着我国经济的快速发展，各种牌号的铝合金产品不断涌现，铝合金的用途也日益广泛，广泛应用于建筑、食品、医药、航空航天、高铁轻轨等方方面面，其质量和分析检测方法也越来越受到多方面的关注。所以就必须有更加科学、准确、快速、更加适用的分析检测方法标准进行技术支撑，以满足各种产品化学成分分析检测。

GB/T 20975-201X《铝及铝合金化学分析方法》是我国铝及铝合金化学成分分析测定的仲裁标准，是我国铝行业基础标准之一，也是目前世界上检测项目最全、技术水平最高的分析方法标准。GB/T 20975.12-201X《铝及铝合金化学分析方法 第12部分：钛含量的测定》是我国铝及铝合金中钛含量测定的主要标准，是我国铝工业中分析检测的基础标准之一。随着我国铝工业的发展，新技术、新工艺的应用，新产品的开发，必须有更加科学、准确、快速、更加适用的分析、检测方法的标准进行技术支撑，以满足各种产品的化学成分分析、检测。

本次修订对原标准做了系统的修改、补充和完善，无论是在分析方法准确性还是在方法的适用性、前瞻性、可操作性上都有了很大的提高和扩充，达到国际先进水平要求。新版标准全面反映了我国铝及铝合金化学检测技术水平，有利于促进国内铝生产企业进一步完善分析检测手段，进一步提升产品质量，提升我国在军工、航空航天、食品、医药等领域的技术水平。能够满足中国铝工业的实际使用和未来发展的需求，为中国铝工业的发展提供了基础性的技术支撑。

GB/T 20975.12国家标准起草项目组

2019年9月