



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 20975.12—2020  
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

2020-06-02 发布

2021-04-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
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》分为 37 个部分：

- 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：钴含量的测定；
- 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：铈含量的测定；
- 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：钼含量的测定 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 硫氰酸盐分光光度法；
- 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》，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示；
- 修改了“过氧化氢分光光度法”的测定范围，由 0.5%~7.0% 修改为  $>0.50\% \sim 16.50\%$ （见第 1 章，2008 年版的第 10 章）；
- 增加了规范性引用文件（见第 2 章）；
- 修改了“二安替吡啶甲烷分光光度法”的称样量和溶解样品的试剂用量（见 4.5，2008 年版的 6.3.1）；
- 修改了“二安替吡啶甲烷分光光度法”的移取体积（见 4.5.3，2008 年版的 6.3.2）；
- 修改了“过氧化氢分光光度法”的称取质量（见 5.5.1，2008 年版的 15.1）；
- 修改了“过氧化氢分光光度法”的移取体积、定容体积（见 5.5.3，2008 年版的 15.3）；
- 修改了“过氧化氢分光光度法”的工作曲线（见 5.5，2008 年版的 15.4）；
- 删除了“质量控制与保证”（2008 年版的第 9 章、第 18 章）；
- 增加了“试验报告”（见第 6 章）。

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/TC 243）归口。

本部分起草单位：国标（北京）检验认证有限公司、国家再生有色金属橡塑材料质量监督检验中心、有色金属技术经济研究院、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、山东南山铝业股份有限公司、中铝洛阳铜加工有限公司、贵州省分析测试研究院、广西柳州银海铝业股份有限公司、西安汉唐分析检测有限公司、昆明冶金研究院、营口忠旺铝业有限公司、华南理工大学、东北轻合金有限责任公司。

本部分主要起草人：宋义运、王乐乐、陈雄飞、刘英、王桂玲、席欢、张金娥、苏玉龙、张娟、许海燕、刘应涛、朱峰、李家华、周恺、戴凤英、罗芬、刘维理、郑伟、尚岩岩、张砚博、王雪、禄妮、宋国胜、周兵。

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；
- 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

**警示——**使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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 的本部分规定了二安替吡啶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。

本部分适用于铝及铝合金中钛含量的仲裁测定。二安替吡啶甲烷分光光度法测定范围：0.001 0%～0.50%；过氧化氢分光光度法测定范围：>0.50%～16.50%。

#### 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 8005.2 铝及铝合金术语 第 2 部分：化学分析

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

#### 3 术语和定义

GB/T 8005.2 界定的术语和定义适用于本文件。

#### 4 二安替吡啶甲烷分光光度法

##### 4.1 方法提要

试料以盐酸、过氧化氢溶解，在硫酸铜的存在下，用抗坏血酸还原  $\text{Fe}^{3+}$  和  $\text{V}^{5+}$  等干扰离子。在硫酸介质中，加入二安替吡啶甲烷溶液显色，于分光光度计波长 400.0 nm 处，测量溶液的吸光度，以测定钛含量。

##### 4.2 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实验室二级水。

4.2.1 硫酸( $\rho=1.84$  g/mL)

4.2.2 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。

4.2.3 氢氟酸( $\rho=1.14$  g/mL)。

4.2.4 过氧化氢( $\rho=1.10$  g/mL)。

4.2.5 硫酸(1+1)。

4.2.6 盐酸(1+1)。

4.2.7 硫酸铜溶液(50 g/L)。

4.2.8 抗坏血酸溶液(20 g/L),用时现配。

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。

4.2.10 铝溶液(10 mg/mL):称取 10.00 g 纯铝( $w_{\text{Al}} \geq 99.99\%$ ,  $w_{\text{Ti}} \leq 0.0010\%$ )置于 200 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 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.2.11 钛标准贮存溶液:称取 0.100 0 g 金属钛( $w_{\text{Ti}} \geq 99.9\%$ ),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,继续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。

4.2.12 钛标准溶液 A:移取 50.00 mL 钛标准贮存溶液(4.2.11)于 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀(用时现配)。此溶液 1 mL 含 0.01 mg 钛。

### 4.3 仪器

分光光度计。

### 4.4 试样

将样品加工成厚度不超过 1 mm 的碎屑。

### 4.5 分析步骤

#### 4.5.1 试料

称取质量( $m_0$ )为 0.50 g 试样(4.4),精确至 0.000 1 g。

#### 4.5.2 平行试验

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,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),盖上表皿,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。移入 100 mL 容量瓶( $V_0$ )中,用水稀释至刻度,混匀。如有不溶物(硅等)则过滤于 100 mL 容量瓶( $V_0$ )中,将沉淀连同滤纸置于铂坩埚中,灰化(勿使滤纸燃着),于 550 °C 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 °C 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 100 mL 容量瓶( $V_0$ )中,用水稀释至刻度,混匀。

4.5.3.2 按表 1 移取相应体积( $V_1$ )的试液(4.5.3.1)两份,分别置于 100 mL 容量瓶中,并补加相应体积的铝溶液(4.2.10)。加入 25 mL 硫酸(4.2.5),加水至约 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。

表 1

钛的质量分数 $w_{Ti}/\%$	试液体积 $V_0/\text{mL}$	移取试液体积 $V_1/\text{mL}$	补加铝溶液体积/mL
0.001 0~0.010	100	50.00	—
>0.010~0.030	100	50.00	—
>0.030~0.080	100	20.00	15.0
>0.080~0.50	100	5.00	23.0

4.5.3.3 其中一份不加二安替吡啶甲烷溶液(4.2.9),此为补偿溶液;另一份加入 10 mL 二安替吡啶甲烷溶液(4.2.9)。将两份溶液冷却至室温后,用水稀释至刻度,混匀。放置 30 min。

4.5.3.4 将部分溶液(4.5.3.3)移入吸收池中,以补偿溶液为参比溶液,于分光光度计 400.0 nm 处测定吸光度,从工作曲线上查得相应的钛量( $m_1$ )。

4.5.4 工作曲线的绘制

4.5.4.1 根据试料中钛质量分数,系列标准溶液的制备分为以下 2 种:

- a) 钛质量分数为 0.001 0%~0.010%时:移取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 钛标准溶液 A(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);
- b) 钛质量分数为 >0.010%~0.50%时:移取 0 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL、12.00 mL、16.00 mL 钛标准溶液 A(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)。

4.5.4.2 加入 25 mL 硫酸(4.2.5),加水至约 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;再加入 10 mL 二安替吡啶甲烷溶液(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。

4.5.4.3 将部分系列标准溶液(4.5.4.1)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 400.0 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。

4.6 试验数据处理

钛含量以钛的质量分数  $w_{Ti}$  计,按式(1)计算:

$$w_{Ti} = \frac{m_1 V_0 \times 10^{-3}}{m_0 V_1} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $m_1$ ——从工作曲线上查得的钛量,单位为毫克(mg);
- $V_0$ ——试液体积,单位为毫升(mL);
- $m_0$ ——称取试料的质量,单位为克(g);
- $V_1$ ——移取试液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果保留两位有效数字,数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

4.7 精密度

4.7.1 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  $r$  按表 2 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 2

$w_{Ti}/\%$	0.005 2	0.019	0.12	0.50
$r/\%$	0.000 5	0.002	0.02	0.04

4.7.2 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 3 数据采用线性内插法或外延法求得。

表 3

$w_{Ti}/\%$	0.005 2	0.019	0.12	0.50
$R/\%$	0.000 6	0.005	0.03	0.05

5 过氧化氢分光光度法

5.1 方法提要

试料用氢氧化钠溶液溶解,用硫酸-硝酸混合酸中和至酸性,加入过氧化氢使其显色,于分光光度计波长 410.0 nm 处,测量溶液的吸光度,以此测定钛含量。

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实验室二级水。

- 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 340 mL 硝酸( $\rho=1.42$  g/mL)。
- 5.2.6 钛标准溶液 B:称取 0.100 0 g 金属钛( $w_{Ti}\geq 99.9\%$ )于 300 mL 烧杯中,加入 50mL 硫酸(5.2.3)和 10 mL 盐酸(1+1)加热分解后再加入 1 mL 硝酸(5.2.2),加热至钛溶解完全,继续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。

5.3 仪器

分光光度计。

5.4 试样

将样品加工成厚度不超过 1 mm 的碎屑。

5.5 分析步骤

5.5.1 试料

按表 4 称取相应质量( $m_2$ )的试样(5.4),精确至 0.000 1 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 10 mL 氢氧化钠溶液(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,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 4 移取试液(5.5.3.1)两份,分别置于 50 mL 容量瓶中,加入 15 mL 混合酸(5.2.5),其中一份加入 5 mL 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 410.0 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( $m_3$ )。

表 4

钛的质量分数 $w_{Ti}/\%$	试料质量 $m_2/g$	试液体积 $V_3/mL$	移取试液体积 $V_4/mL$
0.50~4.00	0.50	200	10.00
>4.00~8.00	0.50	200	5.00
>8.00~16.00	0.20	200	5.00

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 B (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 410.0 nm 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 试验数据处理

钛含量以钛的质量分数  $w_{Ti}$  计,按式(2)计算:

$$w_{Ti} = \frac{m_3 V_3 \times 10^{-3}}{m_2 V_4} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- $m_3$ ——从工作曲线上查得的钛量,单位为毫克(mg);
- $V_3$ ——试液体积,单位为毫升(mL);
- $m_2$ ——称取试料的质量,单位为克(g);
- $V_4$ ——移取试液体积,单位为毫升(mL)。

计算结果表示到小数点后两位。数值修约执行 GB/T 8170—2008 中 3.2、3.3。

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

$w_{Ti}/\%$	0.50	1.01	5.02	10.32	15.46
$r/\%$	0.05	0.10	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

$w_{Ti}/\%$	0.50	1.01	5.02	10.32	15.46
$R/\%$	0.06	0.15	0.38	0.54	0.67

## 6 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 本部分编号、名称及所使用的方法;
- 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;
- 以适当的形式表达试验结果;
- 试验过程中出现的异常现象;
- 审核、批准等人员的签名。