



中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.8—2017
代替 GB/T 4698.8—1996

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 8 部分：铝量的测定 碱分离- EDTA 络合滴定法和电感耦合 等离子体原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of titanium sponge, titanium and titanium alloys—Part 8: Determination of aluminum content—Separation with sodium hydroxide-EDTA complex-metric titration and inductively coupled plasma atomic emission spectrometry

2017-09-29 发布

2018-04-01 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 4698《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法》分为以下部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铁量的测定；
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：锰量的测定 高碘酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 5 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 6 部分：硼量的测定 次甲基蓝分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法
- 第 7 部分：氧量、氮量的测定；
- 第 8 部分：铝量的测定 碱分离-EDTA 络合滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 9 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法及电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 10 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法(含钒)；
- 第 11 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法(不含钒)；
- 第 12 部分：钒量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 13 部分：钴量的测定 EDTA 络合滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 14 部分：碳量的测定；
- 第 15 部分：氢量的测定；
- 第 17 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：锡量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钨量的测定 硫氰酸盐示差光度法；
- 第 21 部分：锰、铬、镍、铝、钼、锡、钒、钇、铜、铅量的测定 原子发射光谱法
- 第 22 部分：铈量的测定 5-Br-PADAP 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 23 部分：钡量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 24 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 25 部分：氯量的测定 氯化银分光光度法；
- 第 26 部分：钽量和钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 27 部分：铀量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 28 部分：钕量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 4698 的第 8 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 4698.8—1996《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 碱分离-EDTA 络合滴定法测定铝量》。

本部分与 GB/T 4698.8—1996 相比主要变化如下：

- 删除了“引用标准”(1996 年版的第 2 章)；
- 保留滴定法，增加了试样条款(见 2.3)和精密度条款(见 2.6, 1996 年版的第 7 章)；
- 新增铝的电感耦合等离子体原子发射光谱法，测定范围为 0.010%~8.50%(见第 3 章)；
- 增加了试验报告条款(见第 4 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：西北有色金属研究院、宝钛集团有限公司、广东省工业分析检测中心、国标(北京)检验认证有限公司、西部金属材料股份有限公司、遵义钛业股份有限公司、北京矿冶研究总院、中铝沈阳有色金属加工有限公司、遵宝钛业有限公司、朝阳金达钛业股份有限公司、湖南金天钛业科技有限公司。

本部分主要起草人：孙宝莲、周恺、刘雷雷、李波、张丹莉、李震乾、孔令臣、卢思瑜、罗策、黄永红、李剑、麦丽碧、熊晓燕、许洁瑜、张小琴、陈晓东、佟玲、李甜、王立、张殿凯、张斌、李佗、周金芝、魏东、张瑾洁、秦军荣、瞿昕薇、何雄杰、韩晓、郝思文、田晓龙、孙爱平、李娜、杨再江、杨学新、刘伟、车宝彦、许睿佳。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 4698.8—1996。

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

第 8 部分：铝量的测定 碱分离-EDTA 络合滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法

1 范围

GB/T 4698 的本部分规定了海绵钛、钛及钛合金中铝量的测定方法。

本部分适用于海绵钛、钛及钛合金中铝量的测定。测定范围：方法一为 0.80%~8.50%；方法二为 0.010%~8.50%。测定范围重叠时，方法一为仲裁分析方法。

2 方法一 碱分离-EDTA 络合滴定法

2.1 方法提要

试料用硫酸溶解。经氢氧化钠沉淀分离钛、铁、铬、锆、铜、锰及部分钒等元素，在 pH5 的弱酸性介质中，加入 EDTA 络合铝，用乙酸锌标准滴定溶液滴定过量的 EDTA，加入氟化钾络合铝并释放出定量的 EDTA，再用乙酸锌标准滴定溶液滴定释放出的 EDTA，从而求得铝的含量。

锡干扰测定，可以加入碘化钾挥发除去。钒影响滴定终点的判断，加入盐酸羟胺可消除其干扰。

2.2 试剂

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

2.2.1 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

2.2.2 硫酸(1+1)。

2.2.3 盐酸(1+1)。

2.2.4 碘化钾溶液(200 g/L)。

2.2.5 三氯化铁溶液(50 g/L)：称取 5 g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶解于 100 mL 盐酸(1+99)中。

2.2.6 氢氧化钠溶液(300 g/L)。

2.2.7 氢氧化钠溶液(150 g/L)。

2.2.8 氯化铜溶液(10 g/L)：称取 1 g 氯化铜($\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶解于 100 mL 水中。

2.2.9 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

2.2.10 乙二胺四乙酸二钠(Na_2EDTA)溶液 [$c(\text{Na}_2\text{EDTA})=0.05$ mol/L]：称取 18.6 g Na_2EDTA ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)置于 500 mL 烧杯中，加 300 mL 水溶解，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.2.11 六次甲基四胺缓冲溶液(pH5)：称取 150 g 六次甲基四胺于 1 000 mL 烧杯中，加 400 mL 水溶解，加入约 50 mL 盐酸($\rho=1.19$ g/mL)，调节溶液约为 pH5(以 pH 试纸检查)，用水稀释至 500 mL，混匀。

2.2.12 氟化钾溶液(200 g/L)，贮存于塑料瓶中。

2.2.13 铝标准贮存溶液：称取 1.000 0 g 金属铝($w_{\text{Al}} \geq 99.99\%$)于 300 mL 烧杯中，加入 20 mL 氢氧化钠溶液(2.2.6)，待剧烈反应停止后，加热溶解，取下，冷却。加入盐酸(2.2.3)至析出的沉淀溶解并过量