

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 244.3—2008
代替 YS/T 244.3—1994

高纯铝化学分析方法 第 3 部分：二安替吡啉甲烷-硫氰酸盐 光度法测定钛含量

Chemical analysis methods of high purity aluminum
—Part 3: Determination of titanium content
by diantipyrylmethane-thiocyanate photometric method

2008-03-12 发布

2008-09-01 实施

前 言

YS/T 244《高纯铝化学分析方法》共分为 9 个部分：

- 第 1 部分：邻二氮杂菲-硫氰酸盐光度法测定铁含量；
- 第 2 部分：钼蓝萃取光度法测定硅含量；
- 第 3 部分：二安替吡啉甲烷-硫氰酸盐光度法测定钛含量；
- 第 4 部分：丁基罗丹明 B 光度法测定镓含量；
- 第 5 部分：阳极溶出伏安法测定铜、锌和铅含量；
- 第 6 部分：催化锰-过硫酸反应体系法测定银含量；
- 第 7 部分：二硫脲萃取光度法测定镉含量；
- 第 8 部分：结晶紫萃取光度法测定铟含量；
- 第 9 部分：电感耦合等离子体质谱法测定杂质含量。

本部分为第 3 部分。

本部分代替 YS/T 244.3—1994《高纯铝化学分析方法二安替吡啉甲烷-硫氰酸盐光度法测定钛量》。

本部分是对 YS/T 244.3—1994 的修订。与 YS/T 244.3—1994 相比，主要变化如下：

- 增加了“重复性”条款；
- 增加了“质量保证与控制”条款。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会提出并归口。

本部分由抚顺铝业有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所负责起草。

本部分由抚顺铝业有限公司起草。

本部分主要起草人：计春雷、徐铁玲、周艳娜。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YS/T 244.3—1994。

高纯铝化学分析方法

第 3 部分：二安替吡啉甲烷-硫氰酸盐 光度法测定钛含量

1 范围

本部分规定了高纯铝中钛含量的测定方法。

本部分适用于高纯铝中钛含量的测定。测定范围：0.000 03%~0.000 20%。

2 方法提要

试样在镍盐存在下，以盐酸溶解。在 2.5 mol/L~4 mol/L 盐酸酸性中，加入硫氰酸盐及二安替吡啉甲烷，使之形成钛的三元络合物。经三氯甲烷萃取后于分光光度计波长 420 nm 处测量其吸光度。

用氯化亚锡还原消除铁(Ⅲ)、铜(Ⅱ)的干扰。5 mg 镍及高纯铝中存在的杂质均不干扰测定。

3 试剂

配制试剂及分析用水均为去离子水再用石英蒸馏器蒸馏提纯。

3.1 无水乙醇，优级纯。

3.2 三氯甲烷。

3.3 盐酸(ρ 1.19 g/mL)，高纯。

3.4 盐酸(1+1)。经石英蒸馏器蒸馏提纯。

3.5 盐酸(1+3)，优级纯。

3.6 硫氰酸铵溶液(500 g/L)。

3.7 二安替吡啉甲烷溶液(200 g/L)：称取 20 g 二安替吡啉甲烷于 200 mL 烧杯中，加入盐酸(3.3)使之溶解并稀释至 100 mL。用时现配。

3.8 氯化亚锡溶液(20 g/L)：称取 2 g 氯化亚锡($\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)于 200 mL 烧杯中，加入 17 mL 盐酸(3.3)，稍加热使其溶解完全，取下冷却至室温，用水稀释至 100 mL。用时现配。

3.9 氯化镍($\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$)溶液(4 g/L)。每 100 mL 溶液中含 0.5 mL 盐酸(3.4)。

3.10 钛标准贮存溶液：称取 0.100 0 g 金属钛屑(99.9%以上)于烧杯中，加入 100 mL 盐酸(3.4)，盖上表皿，于低温处加热，完全溶解后，加入溴水氧化，煮沸，逐出余溴。冷至室温。移入 1 L 容量瓶中，用 1 mol/L 盐酸稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 0.1 mg 钛。

3.11 钛标准溶液：移取 10.0 mL 钛标准贮存溶液(3.10)于 100 mL 容量瓶中，用 1 mol/L 盐酸稀释至刻度，混匀。再从此溶液中移取 10.0 mL 溶液于 100 mL 容量瓶中，用 1 mol/L 盐酸稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 μg 钛。

4 仪器和设备

分光光度计。

5 试样

5.1 试样用盐酸(3.5)浸泡 3 h 以上，用去离子水洗净，再用无水乙醇(3.1)浸洗一次。

5.2 将试样(5.1)在 70℃~80℃烘 2 h~3 h，置于干燥器中冷却至室温。