

前 言

本标准是在广泛收集二硼化钛粉末的生产厂家和用户意见的基础上,通过大量方法试验并再次征求有关单位意见后编制而成。

本标准采用了少腐蚀、易操作的焦硫酸钾熔融分解试样、酸碱滴定测定二硼化钛粉末中钛含量的方法。

本标准遵守:

GB/T 1.4—1988 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB/T 1467—1978 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

本标准由中国有色金属工业标准计量质量研究所提出。

本标准由中南工业大学粉末冶金研究所负责起草。

本标准主要起草人:刘若鸣、肖彩林、奉冬文、廖寄乔。

中华人民共和国有色金属行业标准

二硼化钛粉末化学分析方法 钛量的测定

YS/T 424.1—2000

Methods for chemical analysis of titanium diboride
powder—Determination of titanium content

1 范围

本标准规定了二硼化钛粉末中钛含量的测定方法。

本标准适用于二硼化钛粉末中钛含量的测定。测定范围:50%~80%。

2 方法原理

试料以焦硫酸钾熔融,用稀硫酸浸取,在硫酸和盐酸介质中用铝箔将4价钛还原为3价,在二氧化碳气体保护下,以硫氰酸铵溶液为指示剂,用硫酸铁铵标准滴定溶液滴定。

3 试剂

3.1 焦硫酸钾。

3.2 碳酸氢钠。

3.3 二氧化钛。

3.4 铝箔(纯度不低于99.5%),将1g铝箔叠加成长3~4cm、宽约1cm的方形。

3.5 盐酸(ρ 1.19 g/mL)。

3.6 盐酸(5+95)。

3.7 硫酸(1+9)。

3.8 碳酸氢钠饱和溶液。

3.9 硫氰酸铵溶液(300 g/L)。

3.10 硫酸铁铵标准滴定溶液

3.10.1 配制:称取24.1g硫酸铁铵,置于1000mL烧杯中,加入500mL水,100mL硫酸(1+1),加热溶解,取下,滴加高锰酸钾溶液(1 g/L)至呈现红色,加热煮沸分解过量的高锰酸钾,冷却,移入1000mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.10.2 标定:称取0.1800g二氧化钛(3.3)3份,以下按5.3.1~5.3.4条进行,并随同做空白试验。按式(1)计算硫酸铁铵标准滴定溶液对钛的滴定度:

$$T = \frac{m_0 \times 0.59949}{V_1 - V_0} \dots\dots\dots (1)$$

式中: T ——硫酸铁铵标准滴定溶液相当于钛的质量, g/mL;

m_0 ——二氧化钛的质量, g;

V_1 ——标定时所消耗硫酸铁铵标准滴定溶液的体积, mL;

V_0 ——空白试验所消耗硫酸铁铵标准滴定溶液的体积, mL。

国家有色金属工业局2000-03-29批准

2000-10-01实施

注：取3份进行标定，所消耗的硫酸铁铵标准滴定溶液体积的极差不超过0.10 mL，取其平均值，否则重新标定。

4 试样

样品粒度应不大于0.074 mm。

5 分析步骤

5.1 试料

称取0.2 g试样，精确至0.000 1 g。

独立地进行3次测定，取其平均值。

5.2 空白试验

随同试料做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试料(5.1)置于预先盛有约3 g焦硫酸钾(3.1)的30 mL瓷坩埚中，再覆盖约3 g焦硫酸钾(3.1)，盖上坩埚盖，并稍留缝隙，将坩埚置于高温炉中，在650℃熔解2~3 min，再在750℃熔融至红色流体，取出冷却。

5.3.2 用滤纸擦净坩埚壁，连同坩埚盖置于预先加有50 mL硫酸(3.7)的300 mL烧杯中，盖上表面皿，加热溶解熔块，用热盐酸(3.6)洗净坩埚。

5.3.3 将溶液(5.3.2)移入500 mL锥形瓶中，加30 mL盐酸(3.5)，并控制体积不超过120 mL，稍加热，取下，加入2 g铝箔(3.4)，时时摇动，待大部分铝箔溶解后，以盛有适量碳酸氢钠饱和溶液(3.8)的盖氏漏斗塞住瓶口，在低温电炉上加热至铝箔全部溶解并冒大气泡，再煮沸1~2 min，取下稍冷，向盖氏漏斗中补加适量碳酸氢钠饱和溶液(3.8)，用流水冷却至室温。

5.3.4 取下盖氏漏斗，向锥形瓶中连续加入约0.2 g碳酸氢钠(3.2)和10 mL硫氰酸铵溶液(3.9)，立即用硫酸铁铵标准滴定溶液(3.10)滴定至溶液呈稳定的橙红色即为终点。

6 分析结果的表述

按式(2)计算钛的含量：

$$\text{Ti}(\%) = \frac{T(V_3 - V_2)}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：T——硫酸铁铵标准滴定溶液相当于钛的量，g/mL；

V_3 ——滴定试液时所消耗的硫酸铁铵标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 ——滴定随同试料空白溶液所消耗的硫酸铁铵标准滴定溶液的体积，mL；

m_1 ——试料的质量，g。

所得结果表示至二位小数。

7 允许差

实验室间的分析结果的差值应不大于0.45%。