

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 1 g 铝箔叠加成长 3~4 cm、宽约 1 cm 的方形。

3.5 盐酸($\rho 1.19 \text{ g/mL}$)。

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 24.1 g 硫酸铁铵, 置于 1 000 mL 烧杯中, 加入 500 mL 水, 100 mL 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 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

3.10.2 标定: 称取 0.180 0 g 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:

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。

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 试卷

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3g焦硫酸钾(3.1)的30mL瓷坩埚中,再覆盖约3g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2~3min,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:

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_0 ——滴定同试剂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。

所得结果表示至三位小数。

7 允许差

实验室间的分析结果的差值应不大于 0.45%。