

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 861.5—2013

铌钛合金化学分析方法 第5部分：钛量的测定 硫酸铁铵滴定法

Methods for chemical analysis of niobium-titanium alloy—
Part 5: Determination of titanium content—
The ammonium ferric sulfate titration

2013-04-25 发布

2013-09-01 实施

前 言

YS/T 861《铌钛合金化学分析方法》分为 5 个部分：

——第 1 部分：铝、镍、硅、铁、铬、铜、钽量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——第 2 部分：氧、氮量的测定 惰气熔融红外吸收/热导法；

——第 3 部分：氢量的测定 惰气熔融热导法；

——第 4 部分：碳量的测定 高频燃烧红外吸收法；

——第 5 部分：钛量的测定 硫酸铁铵滴定法。

本部分为 YS/T 861 的第 5 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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：西部金属材料股份有限公司、西北有色金属研究院、北京有色金属研究总院。

本部分主要起草人：张斌、李佗、翟通德、浮海霞、周金芝、江燕妮、孙宝莲、周恺、李波、刘红。

铌钛合金化学分析方法

第5部分：钛量的测定

硫酸铁铵滴定法

1 范围

YS/T 861 的本部分规定了铌钛合金中钛量的测定方法。

本部分适用于铌钛合金钛量的测定,测定范围 40.00%~60.00%。

2 方法提要

以氢氟酸、硝酸分解试样,柠檬酸络合铌。在 20%~30%硫酸介质中,在惰性气氛保护下,用铝箔将钛(IV)还原为钛(III),以硫氰酸钾为指示剂,用硫酸铁铵标准滴定溶液滴定。

3 试剂

除非另有说明,本部分所用试剂均为分析纯试剂,所用水为一级水或相当纯度的水。

3.1 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

3.2 硫酸(1+1)。

3.3 氢氟酸($\rho=1.15$ g/mL)。

3.4 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.5 柠檬酸溶液:400 g/L。

3.6 碳酸氢钠饱和溶液。

3.7 铝箔(质量分数 $\geq 99.95\%$)。

3.8 硫氰酸钾溶液:250 g/L。

3.9 硫酸铁铵。

3.10 钛标准贮存溶液:称取 1.000 0 g 金属钛(质量分数 $\geq 99.99\%$)于 500 mL 烧杯中,盖上表面皿,加入 100 mL 硫酸(3.2),低温加热使钛完全溶解,滴加硝酸(3.4)至溶液无色,微沸驱赶氮的氧化物。冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 1.0 mg 钛。

3.11 硫酸铁铵标准滴定溶液:约 0.02 mol/L。

3.11.1 配制:

称取 48 g 硫酸铁铵(3.9)于 2 000 mL 烧杯中,加入 500 mL 水,缓慢加入 250 mL 硫酸(3.1),低温加热使其溶解,冷却,移入 5 000 mL 试剂瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.11.2 标定:

移取三份 20.00 mL 钛标准溶液(3.10)分别于 500 mL 锥形瓶中,加入 90 mL 水,以下按 5.4.2 分析步骤进行。平行标定所消耗的硫酸铁铵标准滴定溶液(3.11)体积的极差值不应超过 0.10 mL,取其平均值。

同时做空白试验。

按式(1)计算滴定系数: