



中华人民共和国国家标准

GB/T 4701.1—2009
代替 GB/T 4701.1—1984

钛铁 钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法

Ferrotitanium—Determination of titanium content—
The ammonium ferric sulfate titration method

2009-10-30 发布

2010-05-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 4701 的本部分代替 GB/T 4701.1—1984《钛铁化学分析方法 硫酸铁铵容量法测定钛量》。

本部分与 GB/T 4701.1—1984 比较,其主要变化为:

——硫酸铁溶液的配制由纯铁改为硫酸铁铵。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁和铁合金标准化技术委员会归口。

本部分起草单位:四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司。

本部分主要起草人:唐华应、方艳、吴翠萍、唐敏。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4701.1—1984。

钛铁 钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法

警告:使用 GB/T 4701 本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 4701 的本部分规定了用硫酸铁铵滴定法测定钛铁中的钛含量。

本部分适用于钛铁中钛含量的测定。测定范围(质量分数):20.00%~80.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过在 GB/T 4701 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 原理

试料用硫酸、硝酸、盐酸和氢氟酸溶解。如存在铬、钒、钼和锡干扰元素,可在过氧化氢存在下,沉淀氢氧化钛与干扰元素分离。在二氧化碳或氮气气氛中用金属铝将钛还原为三价。以硫氰酸盐为指示剂,用硫酸铁铵标准滴定溶液滴定,根据硫酸铁铵标准滴定溶液的消耗量计算出试样中钛的含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

- 4.1 铝, ($Al \geq 99.5\%$), 厚度 0.10 mm, 不含钛的铝箔。用时将 1g 铝箔叠成长约 3 cm~4 cm, 宽约 1 cm 的长方形。
- 4.2 碳酸氢钠, 固体。
- 4.3 硫酸, $\rho 1.84 \text{ g/mL}$ 。
- 4.4 硝酸, $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ 。
- 4.5 盐酸, $\rho 1.19 \text{ g/mL}$ 。
- 4.6 氢氟酸, $\rho 1.15 \text{ g/mL}$ 。
- 4.7 过氧化氢, $\rho 1.10 \text{ g/mL}$ 。
- 4.8 硫酸, 1+1。
- 4.9 硫酸, 1+4。
- 4.10 氢氧化钠溶液, 100 g/L。贮于塑料瓶中。
- 4.11 氢氧化钠溶液, 20 g/L。贮于塑料瓶中。
- 4.12 硫氰酸铵溶液, 100 g/L。

4.13 氮气,不含氧(以体积计氧含量小于 10×10^{-6}),纯度 99.99%。

4.14 二氧化碳,不含氧(以体积计氧含量小于 10×10^{-6}),纯度 99.99%。

4.15 硫酸铁铵溶液,35 g/L。称取 35 g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,置于 400 mL 烧杯中,加入 100 mL 水和 100 mL 硫酸(1+1),溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含铁约 4 mg。

4.16 钛标准溶液

称取 0.834 0 g 预先在 800 ℃ 灼烧 2 h 的二氧化钛($\text{Ti} \geq 99.9\%$),置于带铂盖的铂坩埚中,加入 10 g 焦硫酸钾熔融,取出冷却后置于 400 mL 烧杯中,加入 50 mL 硫酸(4.9),100 mL 温水,在低温电炉上加热浸出熔融物,取出铂坩埚,用水洗净,继续加热至溶液完全澄清,冷却,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含钛 0.5 mg。

4.17 硫酸铁铵标准滴定溶液

4.17.1 配制

称取 10.2 g 硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$,置于 400 mL 烧杯中,加入 100 mL 水和 50 mL 硫酸(4.8),溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

4.17.2 标定

移取 50.00 mL 钛标准溶液(4.16),置于 500 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 硫酸(4.8)和 80 mL 盐酸(4.5),以下按 7.3.4~7.3.6 进行。

同时做空白实验。

按式(1)计算出硫酸铁铵标准滴定溶液对钛的滴定度。

$$T = \frac{m}{V_1 - V_{01}} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

T ——1 mL 硫酸铁铵标准滴定溶液相当于钛的质量,单位为克每毫升(g/mL);

m ——移取的钛的质量,单位为克(g);

V_1 ——标定时所消耗硫酸铁铵标准滴定溶液体积的平均值,单位为毫升(mL);

V_{01} ——空白试验消耗硫酸铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

5 仪器

分析中,除使用通常的实验室仪器、设备外,还使用以下分析装置。

5.1 本生阀(见图 1)包含胶皮塞,穿过两个玻璃管,胶皮管连接玻璃管,上端以玻璃塞封闭。

在玻璃管上面的胶皮管中间部位用刀片切开长度为 10 mm~15 mm 切口,玻璃管下端距被测定溶液水平面上方约 5 cm 处,以导入氮气或二氧化碳气来取代瓶中气体从胶皮管释放出来。

5.2 磁力搅拌器,带有以聚四氟乙烯包着的搅拌棒。

5.3 在氮气气氛中的滴定装置(见图 2)。



图 2 氮气保护滴定装置

6 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试样应通过 0.125 mm 筛孔。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 1.000 g 试样,准确至 0.000 1 g。

7.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试液的制备

将试料(7.1)置于 250 mL 聚四氟乙烯烧杯中,加入 20 mL 水和 35 mL 硫酸(4.8),当反应缓慢时,加入 20 mL 盐酸(4.5)和 1 mL 氢氟酸(4.6),以聚四氟乙烯表皿盖上烧杯,边冷却边缓慢加入 5 mL 硝酸(4.4)氧化,待反应完全后移去表皿,加热至出现硫酸烟,继续加热约 5 min,取下冷却,加入 30 mL 盐酸(4.5),仔细搅拌,盖上聚四氟乙烯表皿,加热至溶液澄清,取下,以 5 mL 盐酸(4.5)洗涤表皿,冷却后移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

7.3.2 无干扰元素

如预计试样中钛量为 20%~45%,移取 50.00 mL 试液(7.3.1);如钛量为 45%~75%,移取 25.00 mL 试液(7.3.1)。将试液置于 500 mL 锥形瓶中,加入 85 mL 盐酸(4.5)和 25 mL 水,以下按 7.3.4 和 7.3.5 或按 7.3.4 和 7.3.6 进行。

7.3.3 干扰元素的分离

如预计试样中钛量为 20%~45%,移取 50.00 mL 试液(7.3.1);如钛量为 45%~75%,移取 25.00 mL 试液(7.3.1)。将试液置于盛有 10 mL 硫酸铁铵溶液(4.15)的 250 mL 烧杯中,加入 50 mL 氢氧化钠溶液(4.10)和 2 mL 过氧化氢溶液(4.7),加热煮沸 5 min,取下待沉淀下沉后,用双层快速滤纸过滤,然后将沉淀全部移入滤纸上,每次用约 10 mL 氢氧化钠溶液(4.11)充分洗涤烧杯和沉淀 6 次,再用氢氧化钠溶液(4.11)充分洗涤滤纸及沉淀,用水洗涤漏斗颈,然后将漏斗置于 500 mL 锥形瓶上,于原 250 mL 烧杯中加入 45 mL 盐酸(4.5)和 15 mL 硫酸(4.9),加热至 60℃~70℃,用此混合酸分 6 次加入到滤纸上使沉淀溶解(每次须待酸液流尽后再加下一次)。再以 35 mL 60℃~70℃的盐酸(4.5)分三次洗涤滤纸,最后以不超过 40 mL 的 70℃~80℃水洗涤烧杯、滤纸和漏斗颈。以下按 7.3.4 和 7.3.5 或按 7.3.4 和 7.3.6 进行。

7.3.4 钛的还原

于试液(7.3.2 或 7.3.3)中加入 2 g 碳酸氢钠(4.2)和 4 g 铝箔(4.1),立即盖上本生阀或盛有饱和碳酸氢钠溶液的盖氏漏斗。还原时应不断摇动溶液。

注:还原结束后,盖氏漏斗中产生负压,所以必须补加饱和碳酸氢钠溶液。

7.3.5 在氮气(4.13)气氛中滴定

铝完全被溶解前,将本生阀下行管上端的胶皮管取下,然后下行管与氮气相接,调节氮气流速 0.7 L/min±0.1 L/min,当铝完全被溶解后(气泡停止),将锥形瓶浸入冷水中,并使氮气自胶皮管切口逸出,直到溶液达到室温(约 7 min),在继续通氮气情况下,取下本生阀,加入 10 mL 硫氰酸铵溶液(4.12)和磁力搅拌棒(5.2),以煮沸过的冷水冲洗下行管,用接通氮气的滴定装置(见图 2)代替本生阀,置于磁力搅拌器上(见 5.2),然后用硫酸铁铵标准滴定溶液(4.17)滴定至稳定的红色即为终点。

7.3.6 在二氧化碳(4.14)气氛中滴定

当铝被完全溶解后,用冷水冷却至室温,取下本生阀或盖氏漏斗,加入 10 mL 硫氰酸铵溶液(4.12),用硫酸铁铵标准滴定溶液(4.17)滴定至稳定的红色即为终点。

8 分析结果的计算

按式(2) 计算试样中钛的含量(质量分数) $w(\text{Ti})$,数值以%表示:

$$w(\text{Ti}) = \frac{T \cdot (V_2 - V_{02}) \cdot V}{m_0 \cdot V_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

T ——1 mL 硫酸铁铵标准滴定溶液相当于钛的质量,单位为克每毫升(g/mL);

V_2 ——滴定时试样溶液所消耗硫酸铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_{02} ——滴定时随同空白试液消耗硫酸铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V ——试液的总体积,单位为毫升(mL);

m_0 ——试样量,单位为克(g);

V_3 ——分取试液的体积,单位为毫升(mL)。

9 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差

%

钛含量(质量分数)	允 许 差
20.00~40.00	0.40
>40.00~80.00	0.50

10 试验报告

试验报告应包括下列内容:

- 鉴别试料、实验室和分析日期的资料;
- 遵守本部分规定的程度;
- 分析结果及其表示;
- 测定中观察到的异常现象;
- 对分析结果可能有影响而本部分未包括的操作或者任选的操作。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钛铁 钛含量的测定
硫酸铁铵滴定法
GB/T 4701.1—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2009 年 12 月第一版 2009 年 12 月第一次印刷

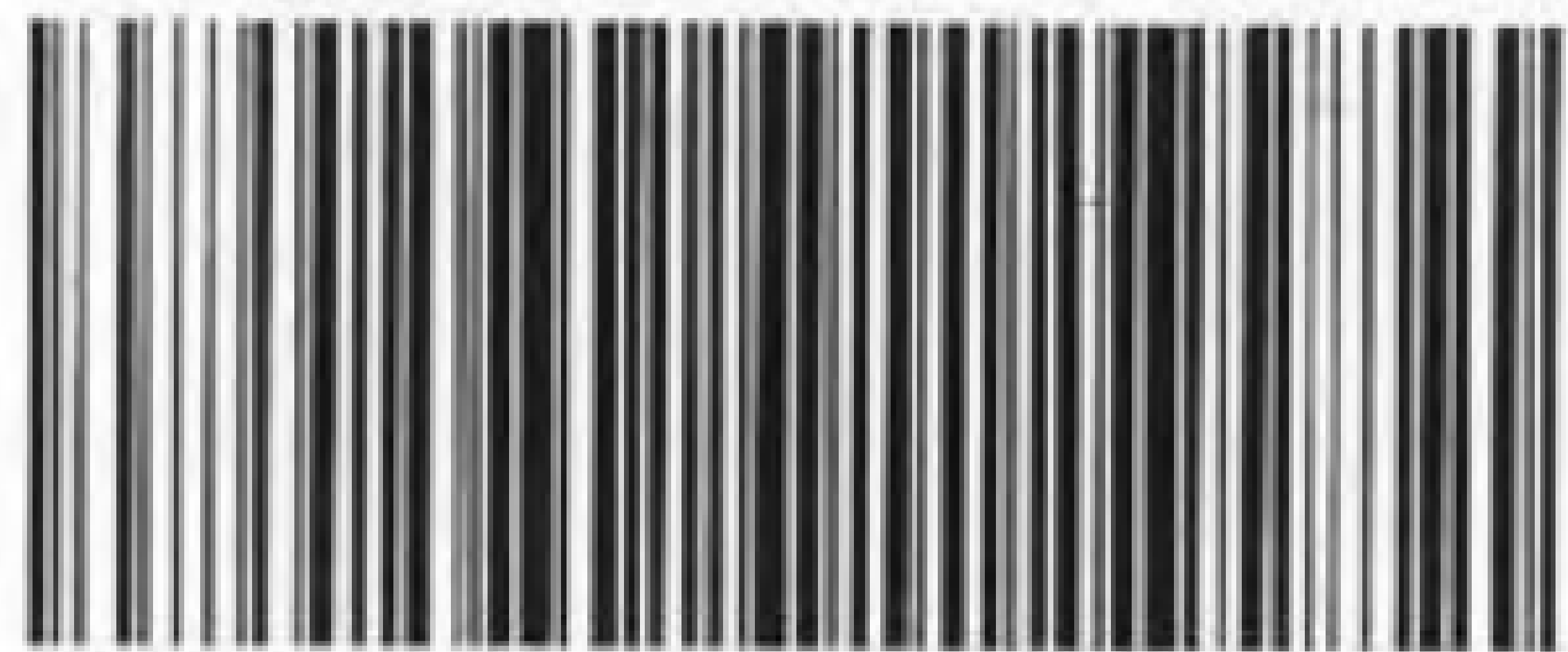
*

书号:155066·1-39370 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 4701.1—2009