

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 424.1—XXXX

代替 YS/T 424.1-2000

二硼化钛粉化学分析方法 第 1 部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法

Methods for chemical analysis of titanium diboride powder—

Part 1: Determination of titanium content—

Ammonium ferric sulfate titration method

(报批稿)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

前 言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是 YS/T 424-202X《二硼化钛粉化学分析方法》的第1部分。YS/T 424-202X 已经发布了以下部分：

- 第1部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法；
- 第2部分：总硼含量的测定 中和滴定法；
- 第3部分：铁含量的测定 1,10-邻二氮杂菲分光光度法；
- 第4部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第5部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法。

本文件代替 YS/T 424.1-2000《二硼化钛粉末化学分析方法 钛量的测定》，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 标准名称更改为《二硼化钛粉化学分析方法 第1部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法》；
- b) 增加了重要提示（见正文）；
- c) 增加了规范性引用文件、术语和定义（见第2章、第3章）；
- d) 更改了二氧化钛的称样量（见 5.11，2000年版的 3.10.2）；
- e) 更改了硫酸铁铵标准滴定溶液的摩尔浓度计算公式，数值以 mol/L 表示（见 5.11，2000年版的 3.10.2）；
- f) 更改了样品要求（见第6章，2000年版的第4章）；
- g) 更改了样品称样量，删除了“独立地进行3次测定，取其平均值”（见 7.1，2000年版的 5.1）；
- h) 增加了平行试验（见 7.2）；
- i) 试料熔融方法更改为“在电热板上加热，至冒硫酸白烟，再将坩埚置于高温炉中”（见 7.4.1，2000年版的 5.3.1）；
- j) 更改了滴定操作步骤（见 7.4.4，2000年版的 5.3.4）；
- k) 增加了“按照 GB/T 8170 的规定进行数值修约”（见第8章）；
- l) 增加了试验报告条款（见第10章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）提出并归口。

本文件起草单位：中南大学、国标(北京)检验认证有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、长沙矿冶院检测技术有限责任公司、北矿检测技术有限公司、贵州省分析测试研究院、湖南华威景程材料科技有限公司。

本文件主要起草人：郑灵芝、谭朝晖、曾洁、黄志锋、李甜、刘佳与、许洁瑜、张天姣、喻星、漆欢、冯振华、苗晓焕、管洪素、向开宇、彭志明、彭波林。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 2000年首次发布为 YS/T 424.1-2000；
- 本次为第一次修订。

引 言

二硼化钛粉是一种灰黑色粉末，具有极好的化学稳定性和抗热振性能，抗氧化温度高，能抗 1100℃ 以下的氧化，其制品具有较高的强度和韧性。

二硼化钛及其复合材料已引起广泛关注，被公认为是具有推广价值和应用前景的高新技术材料。

YS/T 424-202X 旨在完善二硼化钛粉化学分析方法，拟由 5 部分组成：

- 第 1 部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法；
- 第 2 部分：总硼含量的测定 中和滴定法；
- 第 3 部分：铁含量的测定 1,10-邻二氮杂菲分光光度法；
- 第 4 部分：碳含量的测定 高频燃烧红外吸收法；
- 第 5 部分：氧含量的测定 脉冲加热惰气熔融-红外吸收法。

本文件采用硫酸铁铵滴定法测定二硼化钛粉中的钛含量，测定范围为 50.00%~80.00%。

本文件完善了二硼化钛粉的产业链，有利于生产企业和使用加工企业采用统一的分析方法开展质量检验工作，有利于市场公平交易环境的形成，具有较大的社会效益。

二硼化钛粉化学分析方法

第1部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法

重要提示：使用焦硫酸钾熔融时宜戴护目镜，建议佩戴手套。溶解熔融物时应小心操作。

1 范围

本文件规定了二硼化钛粉中钛含量的测定方法。

本文件适用于二硼化钛粉中钛含量的测定。测定范围：50.00%~80.00%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 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四价钛还原为三价，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。

5 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符合 GB/T 6682 规定的二级及以上纯度的水。

5.1 焦硫酸钾。

5.2 铝箔（纯度不低于 99.5%），将 1 g 铝箔叠成长 3 cm~4 cm、宽约 1 cm 的长方形。

5.3 二氧化钛（基准试剂或光谱纯试剂）。

5.4 盐酸（ $\rho=1.19$ g/mL）。

5.5 盐酸（5+95）。

5.6 硫酸（ $\rho=1.84$ g/mL）。

5.7 硫酸（1+9）。

5.8 碳酸氢钠饱和溶液。

5.9 硫氰酸铵溶液（300 g/L）。

5.10 硫酸铁铵标准滴定溶液的配制：称取 24.1 g 硫酸铁铵，置于 1000 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 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.11 硫酸铁铵标准滴定溶液的标定：称取 0.1000 g 二氧化钛(5.3)三份，以下按 7.4.1~7.4.4 条进行，并随同做空白试验。硫酸铁铵标准滴定溶液的摩尔浓度以 c 计，数值以 mol/L 表示，按公式(1)计算：

$$c = \frac{m_0 \times 10^3}{M_1 \cdot (V_1 - V_0)} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_0 ——二氧化钛的质量，单位为克 (g)；

M_1 ——二氧化钛的摩尔质量，单位为克每摩尔 (g/mol)，数值为 79.90；

V_1 ——标定时所消耗硫酸铁铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

V_0 ——空白试验所消耗硫酸铁铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升 (mL)。

平行标定三份，所消耗的硫酸铁铵标准滴定溶液体积的差值不超过 0.10 mL，取其平均值，否则重新标定。

6 样品

样品为粉末状，粒度应不大于 0.104 mm。

7 试验步骤

7.1 试料

称取 0.10 g 样品，精确至 0.000 1g。

7.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验。

7.4 测定

7.4.1 将试料(7.1)置于预先盛有约 3g 焦硫酸钾(5.1)的 30 mL 瓷坩埚中，再覆盖约 3 g 焦硫酸钾(5.1)，在电热板上加热，至冒硫酸白烟；再将坩埚置于高温炉中，在 650 °C 熔解 2 min~3 min，夹出坩埚摇匀，再升温至 750 °C 熔融至红色流体状 (约 5 min)，取出冷却。

7.4.2 用滤纸擦净坩埚外壁及底部，置于预先加有 50 mL 硫酸(5.7)的 300 mL 烧杯中，盖上表面皿，加热溶解熔块，用热盐酸(5.5)洗净坩埚。

7.4.3 将溶液(7.4.2)移入 500 mL 锥形瓶中，加入 30 mL 盐酸(5.4)，并控制体积不超过 120 mL，稍加热，取下，加入 2 g 铝箔(5.2)，摇动锥形瓶，待大部分铝箔溶解后，以盛有适量碳酸氢钠饱和溶液(5.8)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 min~2 min，取下稍冷，向盖氏漏斗中补加适量碳酸氢钠饱和溶液(5.8)，用流水冷却至室温。

7.4.4 取下盖氏漏斗，将盖氏漏斗中碳酸氢钠饱和溶液倒进锥形瓶中，并用水冲洗盖氏漏斗，向锥形瓶中连续加入约 10 mL 碳酸氢钠饱和溶液(5.8)和 10 mL 硫氰酸铵溶液(5.9)，立即用硫酸铁铵标准滴定溶液(5.10)滴定至溶液呈稳定的橙红色即为终点。

8 试验数据处理

钛含量以钛的质量分数 w_{Ti} 计,按公式(2)计算:

$$w_{Ti} = \frac{c \times (V_2 - V_0) \times M \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——硫酸铁铵标准滴定溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——滴定试液时所消耗的硫酸铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(ml);

V_0 ——滴定空白溶液所消耗的硫酸铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(ml);

M ——钛的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m ——试料的质量,单位为克(g)。

按照 GB/T 8170 的规定进行数值修约,计算结果精确到小数点后两位。

9 允许差

实验室间的分析结果差值应不大于 0.45%。

10 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面的内容:

- 试验对象;
- 本文件编号;
- 分析结果及其表示;
- 与基本分析步骤的差异;
- 观察到的异常现象;
- 试验日期。