ICS 77.100
H 11

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
中国国家标准化管理委员会　发布

GB/T 4701.1—2009

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

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。

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。

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得出试样中钛的含量。

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≥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，ρ1.84 g/mL。

4.4　硝酸，ρ1.42 g/mL。

4.5　盐酸，ρ1.19 g/mL。

4.6　氢氟酸，ρ1.15 g/mL。

4.7　过氧化氢，ρ1.10 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。