



中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.13—1996

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 EDTA 络合滴定法测定锆量

Sponge titanium, titanium and titanium alloys—
Determination of zirconium content—
EDTA complexometric titration method

1996-11-04 发布

1997-04-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法
EDTA 络合滴定法测定锆量

GB/T 4698.13—1996

代替 GB 4698.13—84

Sponge titanium, titanium and titanium
alloys—Determination of zirconium content
—EDTA complexometric titration method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钛合金中锆含量的测定方法。

本标准适用于钛合金中锆含量的测定。测定范围:0.50%~12.00%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

试料用盐酸溶解,加入盐酸羟胺消除铁等共存元素的干扰,在盐酸性介质中于加热的条件下,以二甲酚橙为指示剂,用 EDTA 标准滴定溶液直接滴定锆。

共存元素铌使滴定终点产生回头现象,应反复加热滴定至终点颜色不变为止。

4 试剂

4.1 过氧化氢(ρ 1.10 g/ml)。

4.2 盐酸(1+1)。

4.3 盐酸羟胺溶液(100 g/L)。

4.4 锆标准溶液(每毫升约含 0.001 g 锆)。

4.4.1 配制:称取 3.533 g 氯化锆酰($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$)于 500 ml 烧杯中,加入 100 ml 盐酸(4.2)使之溶解,移入 1 000 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.4.2 标定:移取三份各 25.00 ml 锆标准溶液(4.4.1)于三个 250 ml 烧杯中,用水稀释至约 100 ml,加入 1 g 氯化铵,加热至 70℃,在搅拌下滴加氨水(1+1)至出现氨味,加热煮沸,取下,放置 30 min。以中速定量滤纸过滤,沉淀用硝酸铵溶液(20 g/L)洗涤 4 次,用水洗涤 2 次。将沉淀及滤纸放入已恒重的铂坩锅中,烘干,灰化,于 1 000℃ 高温炉中灼烧至恒重。

按公式(1)计算锆标准溶液(4.4.1)的浓度:

$$c_1 = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.7403}{V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中: c_1 ——锆标准溶液(4.4)的实际浓度, g/ml;

m_2 ——二氧化锆和铂坩锅的质量, g;