

团体标准

T/CISA XXXXX—202X

氟钛酸钠 第1部分：钛含量的测定 硫酸铁 铵滴定法

Sodium fluotitanate—Part 1: Determination of titanium content —
Ammonium ferric sulfate titrimetric method

（征求意见稿）

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

中国钢铁工业协会

发布

前 言

本文件参照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》，GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》给出的规则起草。

T/XXX XXXX《氟钛酸钠》分为如下3部分：

- 第1部分：氟钛酸钠 钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法
- 第2部分：氟钛酸钠 总碳硫含量的测定 红外线吸收法
- 第3部分：氟钛酸钠 铁、硅、钙、镁、锰、镍、铅、铬含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法

本部分为T/CISA XXXX的第1部分。

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。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钒钛磁铁矿综合利用标准化技术委员会（SAC/TC 579）归口。

本文件起草单位：河钢股份有限公司承德分公司、河北石油职业技术大学、承德钒钛新材料有限公司、攀西钒钛检验检测院（国家钒制品质量检验检测中心）、攀钢集团攀枝花钢铁研究有限公司

本文件主要起草人：

氟钛酸钠 第 1 部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法

重要提示——用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了硫酸铁铵滴定法测定氟钛酸钠中钛含量的方法概述、试剂与材料、仪器与设备、样品、试验步骤、分析结果的计算及表示、允许差、试验报告。

本文件适用于氟钛酸钠钛含量的测定。测定范围（质量分数）：15.00%~24.00%。

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 6678 化工产品采样总则
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
GB/T 12805 实验室玻璃仪器 滴定管
GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶
GB/T 26497 电子天平

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法概述

试样以混酸分解，适当酸度下用铝箔将四价钛还原为三价钛，在保护气氛下，以硫氰酸盐为指示剂，用硫酸铁铵标准溶液滴定。

5 试剂与材料

5.1 一般要求

分析中除另有说明，仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

5.2 铝箔

纯度不低于 99.50%。

5.3 盐酸

$\rho \approx 1.19 \text{ g/mL}$ 。

5.4 硫酸

1+1。

5.5 浓硫酸

$\rho \approx 1.84 \text{ g/mL}$ 。

5.6 高锰酸钾溶液, 5 g/L

称取0.5000 g碳酸钠溶于50 mL蒸馏水中, 转移至100 mL容量瓶中, 用水定容, 混匀, 静置后待用。

5.7 碳酸钠溶液, 20 g/L

称取2.0000 g碳酸钠溶于50 mL蒸馏水中, 转移至100 mL容量瓶中, 用水定容, 混匀。

5.8 硫氰酸铵溶液, 400 g/L

称取40.0000 g硫氰酸铵溶于50 mL蒸馏水中, 转移至100 mL容量瓶中, 用水定容, 混匀。

5.9 氯化亚锡溶液, 100g/L

称取10.0000 g氯化亚锡溶于20 mL热盐酸(5.3)中, 转移至100 mL容量瓶中, 用水定容, 混匀。

5.10 重铬酸钾标准溶液, 0.008333 mol/L

称取2.4514 g经150 °C烘干并于干燥器中冷却至室温的(纯度不低于99.99%基准重铬酸钾), 置于400 mL烧杯中, 加入200 mL 水, 溶解后移入1000 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 混匀。

5.11 二苯胺磺酸钠(10g/L)

称取1.0000 g二苯胺磺酸钠溶于20 mL硫酸(1+99)中, 转移至100 mL容量瓶中, 用硫酸(1+99)定容, 混匀。

5.12 硫磷混酸

将150 mL浓硫酸(5.5)缓缓加入700 mL水中, 再加入150 mL磷酸($\rho \approx 1.67 \text{ g/mL}$), 混匀。

5.13 硫酸铁铵标准溶液, 约 0.05 mol/L

5.13.1 配制

称取24.1000 g硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ (纯度不低于99.99%), 置于500 mL烧杯中, 加入200 mL硫酸(5+95), 溶解完全, 滴加高锰酸钾溶液(5.6)至淡红色, 加热煮沸至红色退去, 取下冷却至室温, 移入1000 mL容量瓶中, 用硫酸(5+95)稀释至刻度, 混匀。

5.13.2 标定

按以下步骤进行:

- 移取 20.00 mL (V_1) 硫酸铁铵标准溶液(5.13)置于 400 mL 烧杯中, 加入 10 mL 盐酸(5.3), 加热至近沸, 取下滴加氯化亚锡溶液(5.9)至无色后再滴加 1~2 滴, 流水冷却至室温;
- 滴入 10 mL 硫磷混酸(5.12), 加水稀释至 100 mL;
- 滴入两滴 N-苯基氨基苯甲酸指示剂溶液(5.15), 用重铬酸钾标准溶液(5.10)滴定至溶液变为稳定的紫色, 记录本次滴定的重铬酸钾标准滴定溶液的消耗体积;
- 重复 a)-c) 的操作 3 次, 3 次重铬酸钾标准滴定溶液的消耗体积极差不超过 0.05 mL, 计算平均值记为 V_{01} 。

5.13.3 计算浓度

硫酸铁铵标准溶液浓度按公式(1)计算:

$$C_1 = \frac{\frac{1}{6}C_{01} \times V_{01}}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- C_1 —硫酸铁铵溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);
 C_{01} —重铬酸钾标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);
 V_1 —硫酸铁铵溶液的体积, 单位为毫升 (mL);

V_{01} —重铬酸钾标准滴定溶液的消耗体积，单位为毫升（mL）。

5.14 碳酸氢钠

固体。

5.15 N-苯基氨基苯甲酸指示剂溶液，2 g/L

称取0.20 g N-苯基氨基苯甲酸溶于50 mL碳酸钠溶液(5.7)，溶解后移入100 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，定容，混匀。

6 仪器与设备

6.1 电子天平

电子天平应符合GB/T 26497规定的显示分度值不大于0.1 mg，准确度等级不低于Ⅲ级。

6.2 滴定管

滴定管应符合GB/T 12805的规定。

6.3 容量瓶

容量瓶应符合GB/T 12806的规定。

7 样品

按照GB/T 6678的要求采取和制备，试样应全部通过0.125 mm的筛孔。

8 试验步骤

8.1 试料量

称取试料0.2000 g。

8.2 测定次数

对同一试料，应至少独立测定2次。

8.3 空白试验

随同试料做空白试验测定，所用试剂应取自同一试剂瓶。

8.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品。

8.5 测定

8.5.1 将试样（8.1）置于500 mL锥形瓶中，加入10 mL硫酸（5.4），低温加热至冒硫酸烟，待硫酸烟冒尽后，取下冷却至室温，加入5 mL盐酸（5.3），以水稀释至体积约为85 mL。

8.5.2 将溶液（8.5.1）加热至70℃~80℃，取下，放入3 g折成小块的铝箔（5.2），摇动至大部分铝箔溶解，盖上防氧塞（塞中插有带胶管的玻璃管，且胶管端没入碳酸氢钠饱和溶液中），电炉低温加热至铝箔完全溶解，待冒大气泡后煮沸2 min~3 min，取下流水冷却至室温。

8.5.3 打开防氧塞，迅速加入2 g碳酸氢钠（5.14）、10 mL硫氰酸铵溶液（5.8）后，以硫酸铁铵标准溶液（5.13）滴定至溶液变为红色，记录消耗硫酸铁铵标准溶液的体积为 V_2 。

9 分析结果的计算及表示

9.1 钛含量的计算

按公式（2）计算试样中钛的含量：

$$\omega_{Ti} = \frac{C_1(V_2 - V_0)}{1000m} \times 47.87 \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- ω_{Ti} —试样中钛的质量分数（%）；
- C_1 —硫酸铁铵标准滴定溶液的物质量浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- V_2 —滴定试样溶液消耗硫酸铁铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- V_0 —空白试验消耗硫酸铁铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- M —试料的质量，单位为克（g）；
- 47.87—钛的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

9.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值不大于允许差，则取算数平均值作为分析结果。当两次独立分析结果差值的绝对值大于允许差，则按照附录A的规定追加测定次数并确定分析结果。分析结果按GB/T 8170的要求修约至小数点后两位。

10 允许差

同一试样2次测定结果差值的绝对值应不大于表1规定的允许差。

表1 允许差

质量分数（%）	允许差（%）
15.00～24.00	0.40

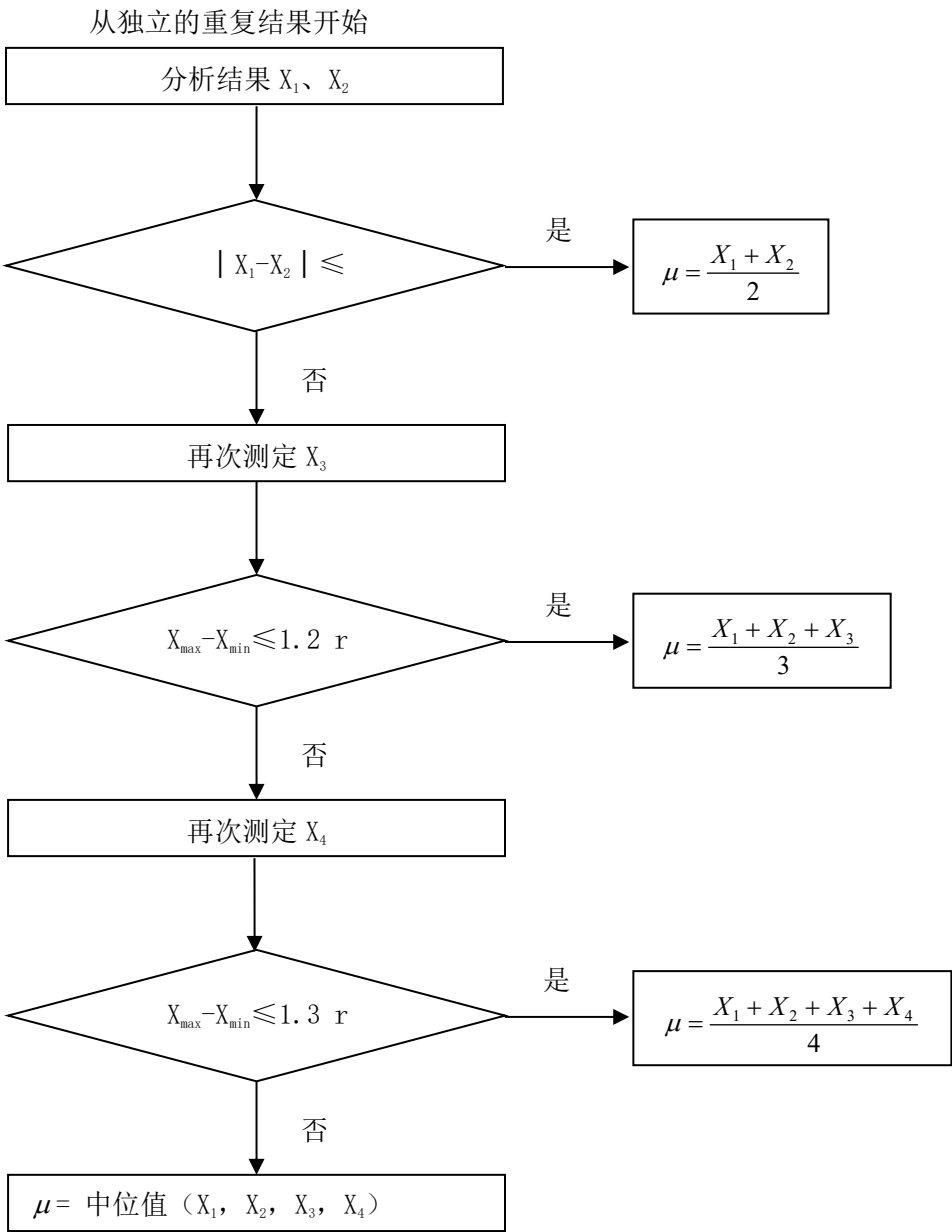
11 试验报告

试验报告应包括但不限于下列内容：

- a) 实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本文件编号；
- d) 样品识别必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 结果的测定次数；
- g) 测定过程中存在的任何异常特性以及标准中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附录 A
(规范性)
试验样分析值接受程序流程图

试样分析值结果接受程序流程图见图A.1。



标引符号说明：

Xmax——独立测定结果的最大值；

Xmin——独立测定结果的最小值。

图 A. 1 试样分析值结果接受程序流程