

《氟钛酸钠 第 1 部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法》  
团体标准

编制说明

（征求意见稿）

河钢股份有限公司承德分公司

2025 年 8 月

# 目 录

氟钛酸钠 第1部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法团体标准起草制订编制说明 .....	1
1 任务来源和目的 .....	1
2 项目制定单位基本情况 .....	1
3 主要工作过程 .....	2
4 制订原则 .....	3
5 制订依据 .....	3
6 国内外氟钛酸钠标准概况 .....	3
7 标准制订技术路线及特点 .....	3
8 分析方法主要研究内容及技术性能指标 .....	4
9 结论 .....	6
10 与现行相关法律、法规、规章及标准，特别是强制性标准的协调性 .....	6
11 预期达到的社会效益、对产业发展的作用等情况 .....	7
12 标准水平和标准性质的建议说明 .....	7
13 标准的实施建议 .....	7

# 《氟钛酸钠 第 1 部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法》

## 团体标准编制说明

（征求意见稿）

### 1 任务来源和目的

2024 年 7 月 29 日，中国钢铁工业协会下发《关于下达 2024 年第二批团体标准制修订计划的通知》（钢协〔2024〕105 号），将《氟钛酸钠 第 1 部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法》列入团体标准制定计划，计划号：2024057。本标准主管部门为中国钢铁工业协会，由全国钒钛磁铁矿综合利用标准化技术委员会（TC 579）归口，河钢股份有限公司承德分公司牵头起草。

氟钛酸钠（英文名称 Sodium fluotitanate）在工业上主要用作聚丙烯合成的催化剂、窑业用作杀虫剂，金属焊接用剂以及金属钛生产原料。国际氟钛酸钠市场发展很快，需求量较大的是美国，其次是欧洲国家，新兴市场如俄罗斯也掀起了对氟钛酸钠的需求热潮。在欧美等国家的带动下，氟钛酸钠的市场容量越来越大。现阶段氟钛酸钠的应用日渐广泛，例如一种铝热还原制备硼化钛合金的方法，以氟钛酸钠、氟硼酸钠与铝粉为原料，真空热还原后升温进行真空蒸馏，蒸发的物料结晶后获得硼化钛合金。由于氟钛酸钠原料制取成本较高，生产过程也比较苛刻，杂质元素的控制比较繁琐，使得国内市场氟钛酸钠品质不一，价格差距明显，高纯度高品质的氟钛酸钠价格较高。氟钛酸钠纯度一般大于 98%，其成分主要以 Ti、Na 为主，同时含有 Fe、Si、Ca、Mg、Pb、Mn、Ni、Cd、C、S 等元素。氟钛酸钠中各元素的含量检测国内并没有统一的检测方法，检测结果异议不可避免。因此，非常有必要对氟钛酸钠检测方法进行标准规范。

### 2 项目制定单位基本情况

河钢股份有限公司承德分公司（以下简称：承钢）前身为热河钒钛联合工厂，是我国“一五”时期前苏联援建的 156 项重点工程之一，始建于 1954 年 9 月。主营业务是：含钒低合金钢材、钒产品（五氧化二钒、钒铁合金、钒氮合金、硫酸氧钒、钒酸钠等）和钛精矿的开发、研制、生产和销售。公司自设立以来，依托自身优势，推进技术进步，优化产品结构，适度扩大生产规模，经营业绩持续稳定增长。拥有近 700 项具有自主知识产权的钒钛技术专利，发明专利逾百项。其中亚熔盐法清洁提钒技术、含钒炉渣增钒精炼技术、电铝热法冶炼钒铝合金技术、商用钒电池电解液制备方法等专利技术达到国际先进水平，“鸡冠山牌”系列钒产品主要有五氧化二钒、三氧化二钒、50 钒铁、80 钒铁、氮化钒、高纯氧化钒、钒铝合金等，钒制品产销量占世界产能的近 1/3，远销欧美等十余

个国家。截止 2018 年底，拥有总资产 450 多亿元，在册员工约 1.2 万人，钢产能 760 余万吨，钒渣 13.1 万吨，钒产品 1.33 万吨。

承钢是中国钒工业的“摇篮”，中国第一炉含钒铁水、第一炉钒渣均产自承钢，承钢 1980 年研制开发了 460MPa 级含钒钢筋，90 年代又开发成功含钒非调制钢种，已批量生产含钒钢筋、含钒非调制钢、锯片钢、冷镦钢、汽车用钢等十余个钒钢品种，其中 50mm400MPa 和 HRB500 含钒钢筋是全国第一家批量生产并通过钢铁协会技术评定的产品。

承钢钒钛方面的化学检测在国内钢铁行业具有先进水平，目前有直读光谱仪、X 荧光光谱仪、ICP 光谱、氧氮氢分析仪、碳硫仪等大型分析仪器 30 多台套，有化学检测人员 230 多人，其中专业检测人员 50 多人。检测实验室有化验中心、2 个钢轧化验室、燃料检测站、化学分析研究室等多个部门，其中化学检测中心 2010 年 9 月通过了 CNAS 认可，目前有 10 大项 43 小项具备相关检测能力，涉及光谱分析、碳硫分析、合金分析、钢材等检测领域。近年来建立了《氮化钒铁》GB/T30896-2014、YBT4566.1~7-2016 氮化钒铁产品检验系列标等多项标准。承钢公司计量系统 20 项获得市级技术监督部门授权的检定资格。公司测量管理体系通过 GBT19022-2003 标准审核，公司质量管理体系通过了 GBT19001-2008 标准审核，公司职业健康安全体系通过了 GBT28001-2011 标准审核，公司环境体系通过了 GBT24001-2004 标准审核、能源管理体系通过了 GBT23331-2012。

### 3 主要工作过程

**起草(草案、调研)阶段：**2024 年承钢提出编制《氟钛酸钠 第 1 部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法》检化验团体标准的立项申请报告，2024 年 7 月获准立项，承钢牵头成立标准编制工作组，负责主要起草工作。工作组制定了详细的工作计划与任务分工。经过标准编制工作组各方面技术人员对国内外相关方面技术材料搜集、试验方法试验验证、标准编制工作组全体人员多次会议讨论分析，反复修改等程序，形成《氟钛酸钠 第 1 部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法》标准草案初稿。于 2025 年 8 月形成了标准征求意见稿及其编制说明等相关附件，报 TC 579 秘书处审查。

**征求意见阶段：**2025 年 9 月，在起草阶段工作基础上，由河钢提出标准草案征求意见稿，由全国钒钛磁铁矿综合利用标准化技术委员会（TC 579）向社会公开征求关于《氟钛酸钠 第 1 部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法（征求意见稿）》团体标准的意见。

### 4 制订原则

4.1 注重检测手段的先进性、试验验证、应用推广和主流发展趋势，参考国内外先进标准，本着先进性、科学性、合理性和可操作性以及标准的目标、统一性、协调性、适用性、一致性和规范

性的原则来进行本标准的制定工作。

4.2在确定本标准主要技术指标时，综合考虑生产企业的能力，寻求最大的经济、社会效益，充分体现了标准在技术上的先进性和合理性。

4.3 充分考虑检验技术及应用领域的发展，本着检测分析方法的技术性能指标适度超前现有测定标准原则。

4.4 充分考虑了满足国家法律法规、安全卫生以及环保法规的要求。

## **5 制订依据**

5.1 根据中华人民共和国国家标准 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》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则，第4部分：化学分析方法》的要求和规定编写本标准的内容，同时参照 GB/T 22662-2008《氟钛酸钾化学分析方法》中相关元素检测方法，并且听取了国内有关部门及生产企业的意见。

5.2本标准应具有科学性、先进性、系统性和可行性，同时标准要具有可操作性和重要的规范性。

## **6 国内外氟钛酸钠检测标准概况**

6.1国内外对该技术研究情况简要说明：目前国内有采用硫酸铁铵滴定法测定氟钛酸钾中钛含量的相关标准，没有对氟钛酸钠中钛含量的检测形成统一的检测方法。应用硫酸铁铵滴定法对氟钛酸钠中钛量进行测定，该方法重复性好，操作简便，可在氟钛酸钠检测中进行运用。

6.2项目与国际标准或国外先进标准采用程度的考虑：该标准项目尚未检索到对应的国际标准或国外先进标准。

6.3与国内相关标准间的关系：该标准项目尚未检索到对应的国内相关标准。

## **7 标准制订技术路线及特点**

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。方法精密度好，准确度高，操作简捷。

本标准适用于测量范围（质量分数）：钛含量：15.00% ~ 24.00%。

本标准完全满足了目前氟钛酸钠产品质量检验的需要，并且为今后氟钛酸钠产品品质的提升预留了足够的检测能力空间。

## **8 分析方法主要研究内容及技术性能指标**

本研究适用于氟钛酸钠中钛元素含量测定范围（质量分数）：Ti：15.00%~24.00%。研究方法为硫酸铁铵滴定法。

### **8.1 试验部分**

#### **8.1.1主要试剂**

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。

(1) 铝箔 ,纯度不低于99.50%。

(2) 盐酸,  $\rho = 1.19 \text{ g/mL}$ 。

(3) 硫酸, 1+1。

(4) 浓硫酸,  $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$ 。

(5) 硫酸, 1+99。

(6) 硫酸, 5+95。

(7) 磷酸,  $\rho = 1.67 \text{ g/mL}$ 。

(8) 高锰酸钾溶液, 5g/L

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

(9) 碳酸钠溶液, 20g/L。

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

(10) 硫氰酸铵溶液, 400g/L。

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

(11) 氯化亚锡溶液, 100g/L。

称取10.0000g氯化亚锡溶于20 mL热盐酸(2)中, 转移至100mL容量瓶中, 用水定容, 混匀。

(12) 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。

(13) 二苯胺磺酸钠 (10g/L)。

称取1.0000g二苯胺磺酸钠溶于20 mL硫酸(5)中, 转移至100mL容量瓶中, 用硫酸(5)定容, 混匀。。

(14) 硫磷混酸

将150 mL浓硫酸(4)缓缓加入700 mL水中, 再加入150 mL磷酸(7), 混匀。

(15) 硫酸铁铵标准溶液, 约0.05 mol/L

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(6), 溶解完全, 滴加高锰酸钾溶液(8)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(6)稀释至刻度, 混匀。

标定

a) 移取20.00 mL ( $V_1$ ) 硫酸铁铵标准溶液(15)置于400 mL烧杯中, 加入10 mL盐酸(2),

加热至近沸，取下滴加氯化亚锡溶液（11）至无色后再滴加 1~2滴，流水冷却至室温；

b)滴入10 mL硫磷混酸（14），加水稀释至100 mL；

c)滴入两滴N-苯代邻氨基苯甲酸溶液（17），用重铬酸钾标准溶液（12）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；

d)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 $V_{01}$ 。

计算浓度

硫酸铁铵标准溶液浓度按公式（1）计算：

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

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）。

（16） 碳酸氢钠，分析纯。

（17） N-苯基氨基苯甲酸指示剂溶液，2 g/L；

称取0.20 gN-苯基氨基苯甲酸溶于50 mL碳酸钠溶液(9),溶解后移入100 mL容量瓶中，加水稀释至刻度，定容，混匀。

### 8.1.2 试验方法

将试样置于500 ml锥形瓶中，加入10 ml硫酸（3），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（2），以水稀释至体积约为85 mL。将溶液加热至70 °C~80 °C，取下，放入3 g折成小块的铝箔（1），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，且胶管端没入饱和碳酸氢钠溶液中），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。打开防氧塞，迅速加入 2 g碳酸氢钠（16）、10 mL硫氰酸铵溶液（10）后，以硫酸铁铵标准溶液（15）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 $V_2$ 。

## 8.2 结果与讨论

### （1）空白值的测定

由于试剂纯度、熔样过程等的影响，存在的杂质可能会对测定结果有一定的影响，故需测定空白。测定空白值时，除不加试样外其余操作步骤与试验部分试验方法中的操作相同，记录显示结果。

按公式（2）计算钪的质量分数：

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

式中：

$\omega_{Ti}$ —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）。

## （2）样品精密度试验

选取 3 个不同含量的样品按试验步骤进行操作，对各样品独立进行 8 次平行实验，考查方法的精密度，试验数据见表 1。结果表明，各样品 8 次平行实验测定数据的相对标准偏差都很低（<0.350%），说明方法的精密度较好。

表1 样品精密度试验数据

样品名称	Ti（%）								RSD（n=8,%）
A	22.84	22.75	22.85	22.91	22.79	22.81	22.87	22.79	0.224
B	22.22	22.17	22.13	22.29	22.16	22.15	22.24	22.27	0.268
C	20.98	21.13	20.98	21.05	21.09	21.03	21.16	21.13	0.330

## （3）样品准确度试验

选取 3 个不同含量的样品按试验步骤进行操作，因缺乏标准样品故对各样品进行标准加入法试验考查方法的准确度，试验数据见表 2。结果表明，加标回收率在 90.00%~111.00%之间，说明方法的准确度较好。

表2 样品准确度试验数据

样 品 名称	Ti(%)	加入 Ti 量 (%)	Ti(%)	加标回收率 (%)	加入 Ti 量 (%)	Ti(%)	加标回收率 (%)	加入 Ti 量 (%)	Ti(%)	加标回收率 (%)
A	22.84	1.00	27.89	105.00	2.00	24.69	92.50	5.00	27.65	96.20
B	22.22	1.00	21.03	91.00	2.00	24.15	96.50	5.00	27.05	96.60
C	20.98	1.00	23.43	95.00	2.00	23.13	107.50	5.00	25.76	95.60

## 9 结论



(1)空白值钛元素测定<“0.10”，对实验结果基本无影响，可以将空白值忽略不计。

(2)氟钛酸钠检测方法建立了《氟钛酸钠 第1部分：钛含量的测定 硫酸铁铵滴定法》分析方法，方法精密度高，准确度好，实验室间比对结果在方法允差范围内，能够满足生产检验需求。

#### **10 与现行相关法律、法规、规章及标准，特别是强制性标准的协调性**

本标准与现行相关法律、法规、规章及相关标准协调一致。

#### **11 预期达到的社会效益、对产业发展的作用等情况**

通过制定本标准，充分反映了先进检验技术应用的先进技术成果，为氟钛酸钠的质量指标检验提供了有力的技术支撑，为指导和规范氟钛酸钠的质量检验提供了依据，有利于提高该技术应用的可靠性和普遍性。

随着钒钛资源在国内的推广应用，氟钛酸钠的硫酸铁铵滴定法测定钛含量有利于产业的快速发展和产品质量的提高。

#### **12 标准水平和标准性质的建议说明**

建议本标准的性质为推荐性团体标准，本标准技术内容达到国内先进水平。

#### **13 标准的实施建议**

本标准作为氟钛酸钠利用的相关企业参考应用，结合氟钛酸钠生产、应用情况，提出钛元素的质量检测目标。