

钛铁化学分析方法
硫酸铁铵容量法测定钛量

UDC 669.15'295
:543.24:546
.821
GB 4701.1—84
ISO 7692—1983

Methods for chemical analysis of ferrotitanium
The ammonium ferric sulfate volumetric method for
the determination of titanium content

本标准适用于钛铁中钛量的测定。测定范围：20.00~80.00%。

本标准遵守GB 1467—78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

本标准等同采用国际标准ISO 7692—1983《钛铁—钛量测定—滴定法》。

1 方法提要

试样用硫酸、氢氟酸、硝酸和盐酸溶解。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，用硫酸铁铵标准溶液滴定。

2 试剂

2.1 铝（纯度99.5%以上），厚度0.10mm，不含钛的铝箔。用时将1g铝箔叠成长约3~4cm，宽约1cm的长方形。

2.2 碳酸氢钠。

2.3 硝酸（比重1.42）。

2.4 硫酸（比重1.84）。

2.5 盐酸（比重1.19）。

2.6 氢氟酸（比重1.15）。

2.7 硫酸（1+1）。

2.8 硫酸（1+4）。

2.9 氢氧化钠溶液（10%）。

2.10 氢氧化钠溶液（2%）。

2.11 硫氰酸铵溶液（10%）。

2.12 氮气：不含氧（以体积计氧小于10ppm），纯度99.998%或类似纯度的二氧化碳。

2.13 过氧化氢溶液（比重1.10）。

2.14 硫酸铁溶液

称取2g纯铁，溶解于50ml盐酸（2.5）中，加入10ml硝酸（2.3）氧化，加入40ml硫酸（2.7），加热至冒硫酸烟，冷却，以水稀释至200ml，煮沸约15min，冷却后移入500ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

2.15 钛标准溶液

称取0.8340g预先在800℃灼烧2h的二氧化钛（纯度为99.9%以上），置于带铂盖的铂坩埚中，加入10g焦硫酸钾仔细熔融，取出冷却后置于400ml烧杯中，加入50ml硫酸（2.8），100ml温水，在低温电炉上仔细加热浸出熔融物，取出铂坩埚，用水洗净，继续加热至溶液完全澄清，冷却，移入

1000 ml 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 0.5 mg 钛。

2.16 硫酸铁铵标准溶液

2.16.1 配制

称取 10.2 g 硫酸铁铵 $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ ，置于 400 ml 烧杯中，加入 100 ml 水和 50 ml 硫酸 (2.7)，溶解后移入 1000 ml 容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。

2.16.2 标定

移取 50.00 ml 钛标准溶液 (2.15)，置于 500 ml 锥形瓶中，加入 5 ml 硫酸 (2.7) 和 80 ml 盐酸 (2.5)，以下按 5.3.4~5.3.6 款进行。

同时做空白试验。

按下式计算出硫酸铁铵标准溶液对钛的滴定度。

$$T = \frac{m}{V_1 - V_{01}}$$

式中：T——1 ml 硫酸铁铵标准溶液相当于钛量，g；

m——移取的钛量，g；

V_1 ——标定时所消耗硫酸铁铵标准溶液的体积，ml；

V_{01} ——空白试验所消耗硫酸铁铵标准溶液的体积，ml。

3 仪器

3.1 本生阀或盖式漏斗

本生阀 (见图 1) 包含胶皮塞 (1)，穿过两个玻璃管 (2 和 6)，胶皮管 (3) 连接玻璃管，上端以玻璃塞 (5) 封闭。

在玻璃管 (2) 上面的胶皮管 (3) 中间部位用刀片切开长度为 10~15 mm 切口 (4)，玻璃管 (6) 下端距被测定溶液水平面上方约 5 cm 处，以导入氮气或二氧化碳气来取代瓶中气体从胶皮管 (3) 释放出来。

3.2 磁力搅拌器，带有以聚四氟乙烯包着的搅拌棒。

3.3 在氮气氛中的滴定装置 (见图 2)。