



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22662.3—2008

---

## 氟钛酸钾化学分析方法 第3部分：氟钛酸钾含量的测定 硫酸高铁铵容量法

Chemical analysis methods of potassium fluotitanate—  
Part 3: Determination of potassium fluotitanate content—  
Ammonium iron sulphate dodecahydrate titration volumetric method

2008-12-29 发布

2009-11-01 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

## 前 言

GB/T 22662《氟钛酸钾化学分析方法》共分为 9 部分：

- 第 1 部分：试样的制备和贮存；
- 第 2 部分：湿存水含量的测定 重量法；
- 第 3 部分：氟钛酸钾含量的测定 硫酸高铁铵容量法；
- 第 4 部分：硅含量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 5 部分：钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 6 部分：铁含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 7 部分：铅含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 8 部分：氯含量的测定 硝酸汞容量法；
- 第 9 部分：五氧化二磷含量的测定 钼蓝分光光度法。

本部分为 GB/T 22662 的第 3 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分起草单位：湖南有色氟化学有限责任公司。

本部分参加起草单位：多氟多化工股份有限公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院、衡阳市邦友化工科技有限公司。

本部分主要起草人：黎志坚、朱亮、廖志辉、薛旭金、陈以春、卜法见、冯敬东、刘志鸿、黄尤菊、刘敏。

# 氟钛酸钾化学分析方法

## 第 3 部分：氟钛酸钾含量的测定

### 硫酸高铁铵容量法

#### 1 范围

GB/T 22662 的本部分规定了氟钛酸钾中氟钛酸钾量的测定方法。

本部分适用于氟钛酸钾中氟钛酸钾量的测定。测定范围： $\geq 95\%$ 。

#### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 22662 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 22662.1—2008 氟钛酸钾化学分析方法 第 1 部分：试样的制备和贮存

#### 3 方法提要

试料经硫酸、盐酸分解，在隔绝空气的条件下，用金属铝将四价钛还原成为紫色的三价钛，然后以硫氰酸钾为指示剂，用硫酸高铁铵标准滴定溶液滴定三价钛。

#### 4 试剂

4.1 碳酸氢钠饱和溶液。

4.2 金属铝丝，用稀盐酸洗涤表面，烘干。

4.3 硫酸：1+4。

4.4 盐酸：1+1。

4.5 硫酸铵饱和溶液。

4.6 硫氰酸铵溶液：50 g/L。

4.7 硫酸高铁铵标准溶液

##### 4.7.1 配制

称取 24.00 g 硫酸高铁铵  $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$  置于 1 000 mL 烧杯中，加 500 mL 水，100 mL 硫酸(1+1)，加热溶解完全后滴加 0.1% 高锰酸钾溶液呈微红色，再煮沸分解过量的高锰酸钾，冷却后洗入 1 000 mL 容量瓶中，以水稀至刻度，混匀。

##### 4.7.2 标定

4.7.2.1 钛标准溶液配制：称取 0.333 9 g 高纯二氧化钛于磁坩埚中，加 5 g 焦硫酸钾，加盖。先于低温加热至熔，再于 650 °C ~ 700 °C 高温炉中熔至透明状并继续熔融 30 min 后，取出冷却；用 100 mL 硫酸(1+1)将熔块浸出并加热溶解至清亮，冷却后移入 500 mL 容量瓶中，用 5% 的硫酸稀至刻度，混匀。此为钛标准溶液，1 mL 含 0.4 mg 钛。

##### 4.7.2.2 标定：

移取 100 mL 钛标准溶液(4.7.2.1)于 500 mL 三角瓶，加入 100 mL 硫酸(4.3)，加入 50 mL 盐酸(4.4)，加 2.5 g 金属铝丝(4.2)，于低温电炉上至金属铝溶完，立即装上有饱和碳酸氢钠的隔绝空气装