



中华人民共和国国家标准

GB/T 8704.5—94

钒铁化学分析方法 电位滴定法测定钒量

Methods for chemical analysis of ferrovanadium
The potentiometric method for the determination
of vanadium content

1994-09-26 发布

1995-06-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

钒铁化学分析方法 电位滴定法测定钒量

GB/T 8704.5—94

Methods for chemical analysis of ferrovanadium
The potentiometric method for the determination
of vanadium content

本标准等效采用国际标准 ISO 6467—80《钒铁——钒量的测定——电位滴定法》。

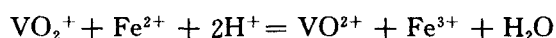
1 主题内容与适用范围

本标准规定了电位滴定法测定钒量。

本标准适用于钒铁中钒量的测定。测定范围： $\leq 85.00\%$ 。

2 方法提要

试样用硝酸和硫酸溶解，用稍过量的高锰酸钾将钒(IV)氧化成钒(V)，用亚硝酸钠分解过量的高锰酸钾，过量的亚硝酸钠用尿素进行分解。用硫酸亚铁铵标准溶液进行电位滴定测定钒量。其反应式如下：



3 试剂

3.1 尿素。

3.2 硝酸($\rho 1.42 \text{ g/mL}$)。

3.3 磷酸($\rho 1.70 \text{ g/mL}$)。

3.4 硫酸($\rho 1.84 \text{ g/mL}$)。

3.5 硫酸(1+1)。

3.6 亚硝酸钠溶液(10 g/L)。

3.7 高锰酸钾溶液(6.3 g/L)。

3.8 亚砷酸钠溶液

称取 3 g 无水碳酸钠溶于 150 mL 水中，再溶解 0.85 g 三氧化二砷于其中，用水稀释至 950 mL，通入二氧化碳 3 min，饱和后以水稀释至 1 000 mL。

3.9 重铬酸钾标准溶液 [$c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) = 0.2 \text{ mol/L}$]

精确称取 9.806 4 g 经预先在 105℃ 烘干的基准重铬酸钾，用水溶解，置于 1 000 mL 的容量瓶中，稀释至刻度，混匀。

3.10 硫酸亚铁铵标准溶液 [$c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 0.2 \text{ mol/L}$]

3.10.1 配制

称取 78.4 g 硫酸亚铁铵 $(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ 置于 600 mL 硫酸(11+1)中，待完全溶解后，移

国家技术监督局 1994-09-26 批准

1995-06-01 实施

入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.10.2 标定

在盛有 280 mL 水、10 mL 硫酸(3.5)和 10 mL 硫酸(3.3)的 600 mL 烧杯中,用滴定管加入 40.00 mL 重铬酸钾标准溶液(3.9)。用硫酸亚铁铵标准溶液(3.10)进行电位滴定。当观察到电位最大变化时,即为终点。电位降约为 100 mV。

按公式(1)计算校正系数 f :

$$f = \frac{40.00}{V_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中: V_1 ——是所用硫酸亚铁铵标准溶液的体积, mL。

注: 硫酸亚铁铵标准溶液的浓度是变化的,对每个系列测定都应校验。

4 仪器

4.1 磁搅拌器。

4.2 自动电位滴定仪,配有铂电极和甘汞电极。

5 试样

试样应通过 0.177 mm 筛孔。

6 分析步骤

6.1 试料量

称取 0.500 0 g 试样。

6.2 空白试验

随同试样做空白试验。

6.3 测定

6.3.1 将试样(6.1)置于 400 mL 烧杯中,加入 10 mL 水、10 mL 硝酸(3.2)和 50 mL 硫酸(3.5),加热至试样全部溶解,蒸发至冒硫酸白烟,取下,冷却。

6.3.2 慢慢沿烧杯壁注入 100 mL 水、煮沸至盐类溶解,冷却至室温,稀释至约 200 mL。

6.3.3 将烧杯放至磁搅拌器(4.1)上,将已连接在电位滴定仪上的电极(4.2)浸入溶液中,搅拌。

6.3.4 在连续搅拌的同时,滴加高锰酸钾溶液(3.7)直到最大电位(出现红色不褪,再过量加入 5~10 滴高锰酸钾溶液),然后放置 15 min。

6.3.5 在电位计检查下,加入 0.5 g 尿素(3.1),然后每隔 30 s 滴加 1 滴亚硝酸钠溶液(3.6)以分解过量的高锰酸根,当电位下降约 200 mV 时(高锰酸钾红色消失),再过加一滴当铬大于 1% 时,加入 5 mL 亚砷酸钠溶液(3.8)],再加入 10 mL 磷酸(3.3),继续搅拌约 5 min。

6.3.6 在电位计检查下,用硫酸亚铁铵标准溶液(3.10)滴定至溶液电位最大变化时,即为终点。电位降约为 100 mV。

7 分析结果的计算

按公式(2)计算钒的百分含量:

$$V(\%) = \frac{(V_2 - V_0)0.01019 \times f}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中: V_0 ——空白试验所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积, mL;

- V_2 ——滴定钒时所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积, mL;
0.010 19——1 mL 硫酸亚铁铵标准溶液($c=0.2$ mol/L)相当的钒量, g/mL;
 f ——硫酸亚铁铵标准溶液的校正系数;
 m ——试料的质量, g。

8 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于下表所列允许差。

		%
钒量	允许差	
≤ 85.00	0.40	

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由峨嵋铁合金(集团)股份有限公司起草。

本标准主要起草人陈果才、王玉生、朱茂新、徐永培。

本标准水平等级标记 GB/T 8704.5—94 I

(京)新登字 023 号

GB/T 8704.5—94

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钒 铁 化 学 分 析 方 法
电 位 滴 定 法 测 定 钒 量
GB/T 8704.5—94

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码: 100045

电 话: 8522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 5 千字
1995 年 5 月第一版 1995 年 5 月第一次印刷
印数 1—2 000

*

书号: 155066·1-11434 定价 8.00 元

*

标 目 262—15



GB/T 8704.5-1994