中华人民共和国国家标准

UDC 669.292
:543.062

GB 8639.1—88

钒化学分析方法
高锰酸钾-硫酸亚铁铵滴定法测定钒量

Vanadium— Determination of vanadium content— Potassium permanganate-ammonium ferrous sulphate volumetric method

本标准适用于金属钒中钒量的测定。测定范围:>90%。

本标准不适用于铬量>1%试样中钒量的测定。

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》。

1 方法提要

试样用酸分解,在硫酸介质中用高锰酸钾将钒氧化,在尿素存在下,用亚硝酸钠分解过量的高锰酸钾,以 N-苯基邻氨基苯甲酸为指示剂,用硫酸亚铁铵标准溶液滴定。

2 试剂

2.1 硫酸(ρ 1.84 g/mL)。

2.2 硝酸(ρ 1.42 g/mL)。

2.3 磷酸(ρ 1.70 g/mL)。

2.4 高锰酸钾溶液(2.5%)。

2.5 尿素溶液(20%)。

2.6 亚硝酸钠溶液(1%)。

2.7 N-苯基邻氨基苯甲酸指示剂(0.2%):称取 0.2 g N-苯基邻氨基苯甲酸溶于 100 mL 碳酸钠溶液(0.2%)中,混匀。

2.8 钒标准溶液:称取 1.000 0 g 预先在 105~110℃烘 2 h 的高纯五氧化二钒(纯度>99.99%),置于 400 mL 烧杯中,加入约 10 mL 水、50 mL 硫酸(2.1),加热溶解完全并微冒硫酸烟,取下冷却,加入 200~250 mL 水,加热溶解盐类,取下冷却至室温,移入 500 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。此溶液 1 mL 含 0.001 12 g 钒。

2.9 硫酸亚铁铵标准溶液[c($FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$)约(0.1 mol/L)]:

2.9.1 配制

称取 39.214 g 硫酸亚铁铵[$FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$],置于 500 mL 烧杯中,加入 300 mL 硫酸(5+95),搅拌溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中,以硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。放置过夜。

2.9.2 标定

移取 100 mL 钒标准溶液三份,分别置于 500 mL 锥形瓶中,随同标定做空白试验。各加入 12 mL 硫酸(2.1)及 3 mL 磷酸(2.3),混匀。冷却至室温,以下按 4.3.5~4.3.7 款操作。三份钒标准溶液所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液毫升数的极差值不超过 0.05 mL 时,取其平均值(否则,应重新标定)。

按式(1)计算硫酸亚铁铵标准溶液对钒的滴定度:

中国有色金属工业总公司 1988-01-11 批准　　1989-01-01 实施

$$T=\frac{c\cdot V_2}{V_1-V_0} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：T ——硫酸亚铁铵标准溶液对钒的滴定度，g/mL；

V_1 ——标定时消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积的平均值，mL；

V_2 ——移取钒标准溶液的体积，mL；

V_0 ——标定时空白试验消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积，mL；

c ——钒标准溶液的浓度，g/mL。

3 试样

试样应通过 0.351 mm 筛孔。

4 分析步骤

4.1 试样量

称取 1.000 0 g 试样。

4.2 空白试验

随同试样做空白试验。

4.3 测定

4.3.1 将试样(4.1)置于 500 mL 烧杯中，加入约 10 mL 水、40 mL 硫酸(2.1)、15 mL 硝酸(2.2)，混匀。待激烈反应停止后，置于电炉上加热至试样溶解完全并微冒硫酸烟，取下冷却。

4.3.2 沿杯壁用 10～20 mL 水冲洗，混匀。置于电炉上再加热至微冒硫酸烟，取下稍冷，缓慢加入 80～100 mL 水，加热溶解盐类，取下，冷却至室温。

4.3.3 将试液(4.3.2)移入 500 mL 容量瓶中，以水稀释至 400 mL 左右，冷却至室温，再以水稀释至刻度，混匀。

4.3.4 移取 100.00 mL 试液 (4.3.3) 置于 500 mL 锥形瓶中，加入 14 mL 硫酸 (2.1)，3 mL 磷酸(2.3)，混匀，冷却至室温。

4.3.5 滴加高锰酸钾溶液(2.4)至呈现微红色不消失再过量 1～2 滴，充分混匀，放置 5～10 min。

4.3.6 加入 10 mL 尿素溶液 (2.5)，滴加亚硝酸钠溶液 (2.6) 至红色恰好消失并过量 1～2 滴，充分混匀，放置 1 min。

4.3.7 加入 3 滴 N-苯基邻氨基苯甲酸指示剂(2.7)，以硫酸亚铁铵标准溶液滴定至溶液由紫红色变为亮绿色。

5 分析结果的计算

按式(2)计算钒的百分含量：

$$V(\%)=\frac{(V_3-V_4)\cdot T}{m\cdot r}\times 100 \quad \cdots\cdots(2)$$

式中：T ——硫酸亚铁铵标准溶液对钒的滴定度，g/mL；

V_3 ——滴定试液时所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积，mL；

V_4 ——滴定随同试样空白试液所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积，mL；

r ——试液分取比；

m ——试样量，g。

分析结果表示到小数点后两位。

6 允许差

试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
>90	0.35

附加说明：

本标准由锦州铁合金厂负责起草。

本标准由锦州铁合金厂起草。

本标准主要起草人赵金凯、狄凤桐。