

ICS 77.100
H 11



中华人民共和国国家标准

GB/T 8704.5—2007
代替 GB/T 8704.5—1994

GB/T 8704.5—2007

钒铁 钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和电位滴定法

Ferrovandium—Determination of vanadium content—
The ammonium ferrous sulfate titrimetric method
and the potentiometric titrimetric method

中华人民共和国
国家标准
钒铁 钒含量的测定
硫酸亚铁铵滴定法和电位滴定法
GB/T 8704.5—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

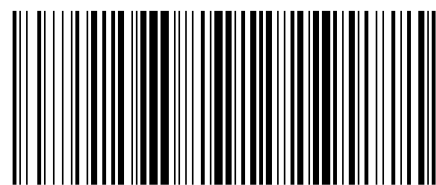
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2008年2月第一版 2008年2月第一次印刷

*

书号:155066·1-30614 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 8704.5—2007

2007-09-11 发布

2008-02-01 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 8704 的本部分包括了硫酸亚铁铵滴定法和电位滴定法两个测定钒铁中钒含量的分析方法，本部分代替 GB/T 8704.5—1994《钒铁化学分析方法 电位滴定法测定钒量》。

本部分与 GB/T 8704.5—1994 比较，其主要变化如下：

- 新增加了硫酸亚铁铵滴定法；
- 测定范围由 $\leq 85.00\%$ 调整为 $35.00\% \sim 85.00\%$ ；
- 取消使用亚砷酸钠溶液。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位：四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司。

本部分主要起草人：唐华应、薛秀萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 8704.5—1994。

V——标定时消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL)。

4.3 仪器

4.3.1 磁搅拌器。

4.3.2 自动电位滴定仪,配有铂电极和甘汞电极。

4.4 取制样

按照 GB/T 4010 的规定进行取制样,试样应通过 0.177 mm 筛孔。

4.5 分析步骤

4.5.1 试料量

称取 0.50 g 试样,准确至 0.000 1 g。

4.5.2 空白试验

随同试料进行空白试验。

4.5.3 测定

4.5.3.1 将试料(4.5.1)置于 400 mL 的烧杯中,加入 10 mL 水,10 mL 硝酸(4.2.2),50 mL 硫酸(4.2.4),加热至试料全部溶解,蒸发至冒硫酸白烟,取下,冷却。

4.5.3.2 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。

4.5.3.3 将烧杯放至磁搅拌器(4.3.1)上,将已连接在电位滴定仪上的电极(4.3.2)浸入溶液中,开启磁搅拌器。

4.5.3.4 在连续搅拌的同时,滴加高锰酸钾溶液(4.2.6)直至最大电位(出现红色不褪,再过量加入 5 滴~10 滴高锰酸钾溶液),然后放置 15 min。

4.5.3.5 在电位计检查下,加入 0.5 g 尿素(4.2.1),然后每隔 30 s 滴加 1 滴亚硝酸钠溶液(4.2.5)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 1 滴,然后加入 10 mL 磷酸(4.2.3),继续搅拌约 5 min。

4.5.3.6 在电位计检查下,用硫酸亚铁铵标准溶液(4.2.8)缓慢滴定至接近终点,继续每次 0.05 mL 或逐滴加入,记录每次电位平衡时电位读数及滴定体积,继续滴加至过终点。从电位滴定曲线或 dE/dV 曲线确定终点。记录滴定终点所消耗的硫酸亚铁标准溶液体积 V。

4.6 分析结果的计算

按式(4)计算试样中钒含量,以质量分数表示。

$$w(V)(\%) = \frac{(V - V_0) \times c_2 \times 50.94}{m \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

V——滴定试料消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

V₀——滴定空白消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

c₂——硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.2.8)的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

50.94——钒的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);

m——试料量,单位为克(g)。

4.7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 3 所列允许差。

表 3 % (质量分数)

钒含量	允许差
>35.00~85.00	0.40

钒铁 钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和电位滴定法

警告——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

GB/T 8704 的本部分规定了用硫酸亚铁铵滴定法和电位滴定法测定钒铁中的钒量。

本部分适用于钒铁中钒含量的测定,测定范围(质量分数):35.00%~85.00%。

2 规范性引用文件

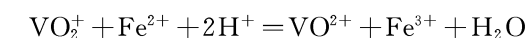
下列文件中的条款通过 GB/T 8704 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

3 方法一:硫酸亚铁铵滴定法

3.1 原理

试料用硝酸、磷酸和硫酸混合酸溶解,在 15%~20% 的硫酸酸度下,过硫酸铵将钒(IV)氧化成钒(V)。过量的过硫酸铵煮沸除去。以 N-苯基邻氨基苯甲酸为指示剂,用硫酸亚铁铵标准溶液进行滴定。试液中含 75 mg 二价锰、50 mg 三价铬不干扰测定。根据硫酸亚铁铵标准溶液的消耗量,计算钒含量。其反应式如下:



3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.2.1 过硫酸铵,固体。

3.2.2 硝酸,ρ1.42 g/mL。

3.2.3 磷酸,ρ1.70 g/mL。

3.2.4 硫酸,1+1。

3.2.5 钒标准溶液,c(V)=0.070 00 mol/L。

称取 6.500 0 g 预先经 110℃ ± 5℃ 烘 2 h 后并于干燥器中冷却至室温的高纯五氧化二钒(≥99.99%)于 1 000 mL 的烧杯中,加入 50 mL 硫酸(ρ1.84 g/mL),加热溶解完全,取下,冷却,加水 500 mL,搅匀,冷却至室温,移入 1 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.2.6 重铬酸钾标准溶液,c(1/6K₂Cr₂O₇)=0.070 00 mol/L。

称取 3.432 1 g 经预先在 150℃ 烘干 2 h 并置于干燥器中冷至室温的基准重铬酸钾,置于 300 mL 烧杯中,用水溶解完全,移入 1 000 mL 的容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.2.7 硫酸亚铁铵标准溶液。

3.2.7.1 硫酸亚铁铵标准滴定溶液,c[(NH₄)₂Fe(SO₄)₂ · 6H₂O]约为 0.07 mol/L。

称取 27.45 g 硫酸亚铁铵[(NH₄)₂Fe(SO₄)₂ · 6H₂O]置于 500 mL 烧杯中,用适量硫酸(5+95)溶