

ICS 77.100  
H 11



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 24583.1—2009

GB/T 24583.1—2009

## 钒氮合金 钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法

Vanadium-Nitrogen alloy—Determination of vanadium content—  
The ammonium ferrous sulfate titration method

中华人民共和国  
国家标准  
钒氮合金 钒含量的测定  
硫酸亚铁铵滴定法  
GB/T 24583.1—2009

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](http://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

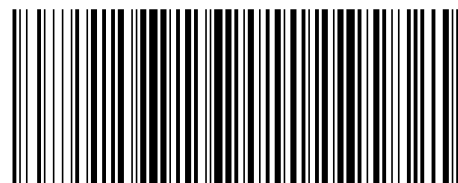
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 6 千字  
2009年12月第一版 2009年12月第一次印刷

书号: 155066·1-39398 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 24583.1—2009

2009-10-30 发布

2010-05-01 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

#### 4.10.2 标定

称取于 105 ℃±5 ℃烘干并在干燥器中冷却至室温的五氧化二钒(纯度大于99.99%)0.150 0 g 三份分别置于 500 mL 锥形瓶中,加入 10 mL 氢氧化钠(200 g/L),低温加热溶解后,加入 50 mL 硫酸溶液(4.3),煮沸取下,加入 5 mL 磷酸(4.4),加 50 mL 水微热溶解盐类,煮沸 1 min,取下冷却至室温,加 5 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.5),以下按 6.4 相同部分操作。随同标定做空白试验。3 份被滴定溶液所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液体积的极差值不大于 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。

$$T_V = \frac{m_0}{V - V_0} \times 0.560 1 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$T_V$ ——硫酸亚铁铵标准溶液对钒的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

$m_0$ ——称取五氧化二钒的质量,单位为克(g);

$V$ ——被滴定溶液所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——滴定所做空白试验溶液时所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

0.560 1——五氧化二钒换算为钒的系数。

#### 5 试样

按照 GB/T 4010 的规定采取和制备,试样粒度应小于 0.125 mm。

#### 6 分析步骤

##### 6.1 试料

称取试样 0.10 g,精确至 0.000 1 g。

##### 6.2 测定次数

对同一试样,应至少独立测定 2 次。

##### 6.3 空白试验

随同试样做空白试验。

##### 6.4 测定

将试料(6.1)置于 500 mL 锥形瓶中,加入 20 mL 硝酸(4.1),待试料溶解完全后,再加入 50 mL 硫酸(4.3),加热至冒硫酸烟 2 min~3 min,取下冷却,加入 10 mL 磷酸(4.4),加 50 mL 水微热溶解盐类,煮沸 1 min,取下冷却至室温。

加 5 mL 硫酸亚铁铵溶液(4.5),放置 2 min,滴加高锰酸钾溶液(4.6)至稳定的紫红色,静置 5 min,加 10 mL 尿素溶液(4.7),滴加亚硝酸钠溶液(4.8)至红色消失并过量 1 滴~2 滴,放置 2 min,加入 3 滴~5 滴 N-苯代邻氨基苯甲酸溶液(4.9),用硫酸亚铁铵标准溶液(4.10)滴定至溶液由紫红色刚好变为亮绿色为终点。

#### 7 分析结果的计算和表示

##### 7.1 钒含量的计算

按式(2)计算钒的含量(质量分数) $w$ ,数值以%表示。

$$w = \frac{T_V \times (V_1 - V_2)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$T_V$ ——硫酸亚铁铵标准溶液对钒的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

$V_1$ ——滴定试液时所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

## 前 言

GB/T 24583 的本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会归口。

本部分主要起草单位:攀枝花钢铁(集团)公司、攀枝花出入境检验检疫局、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人:郑小敏、唐建伟、颜启光、徐本平、甘国建、叶云良、任小青。