

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法  
硫酸亚铁容量法测定钒量

UDC 622.341.1  
:543.06

GB 6730.32—86

Methods for chemical analysis of iron ores  
The ferrous sulfate volumetric method for  
the determination of vanadium content

代替GB 1376—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中钒量的测定。测定范围：0.1%以上。  
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

试样用过氧化钠分解，硫酸酸化，先用亚铁将钒、铬等还原，再用高锰酸钾将钒（IV）氧化至钒（V），过量的高锰酸钾在脲存在下以亚硝酸钠还原。以苯代邻氨基苯甲酸为指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液进行滴定，借此测定钒量。

## 2 试剂

2.1 过氧化钠。

2.2 硫酸（ $\rho$  1.84g/ml）。

2.3 硫酸（1 + 1）。

2.4 硫酸（1 + 3）。

2.5 磷酸（ $\rho$  1.70g/ml）。

2.6 磷酸（1 + 1）。

2.7 硫酸亚铁溶液（5%）：称取5g硫酸亚铁溶于适量硫酸（5 + 95）中，并稀释至100ml，混匀。用时现配。

2.8 亚硝酸钠溶液（1%）。

2.9 高锰酸钾溶液（2%）：称取2g高锰酸钾溶于沸水中，冷却后稀释至100ml，贮于棕色瓶中。

2.10 脲溶液（10%）。用时现配。

2.11 氢氧化钠溶液（26%）。

2.12 氢氧化钠溶液（4%）。

2.13 苯代邻氨基苯甲酸溶液：

2.13.1 称取0.1g苯代邻氨基苯甲酸溶于500ml微热的碳酸钠（0.2%）溶液中，贮于棕色瓶中。

2.13.2 称取10mg五氧化二钒（也可用钒酸铵灼烧成的五氧化二钒）加45ml硫酸（2.3），5ml磷酸（2.6）、60ml水，加热溶解后，冷至室温，加入10ml苯代邻氨基苯甲酸溶液（2.13.1），在电磁搅拌下用硫酸亚铁铵标准溶液（2.15）进行滴定至亮黄绿色即可，此时总体积约为150ml。用时现配。

2.14 钒标准溶液：称取0.2678g预先在105℃烘干1h的五氧化二钒（基准试剂），溶于盛有100ml硫酸（2.3）的400ml烧杯中，加热溶解。待完全溶解后，冷至室温，移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含150.0 $\mu$ g钒。

2.15 硫酸亚铁铵标准溶液（约0.003 mol/l）：称取1.18g硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于盛有硫酸（5 + 95）的1000ml容量瓶中，并用上述硫酸稀释至刻度，混匀。

国家标准局1986-08-19发布

1987-08-01实施

标定：移取10.00ml钒标准溶液，置于400ml烧杯中，加5ml磷酸(2.6)、45ml硫酸(2.3)，用水调节体积至100ml左右，冷却至10~20℃，加5ml硫酸亚铁(2.7)，放置2min，以下按4.5.1.2进行。

同时标定三份，取平均值。按式(1)计算硫酸亚铁铵标准溶液对钒的滴定度：

$$T = m / V \dots\dots\dots (1)$$

式中：T——硫酸亚铁铵标准溶液对钒的滴定度，g/ml；

m——钒量，g；

V——标定时消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积，ml。

### 3 试样

3.1 一般试样粒度应小于100μm，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，其粒度应小于160μm。

3.2 预干燥不影响试样组成者应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备》进行。

### 4 分析步骤

#### 4.1 测定数量

同一试样，在同一试验室，应由同一操作者在不同时间内进行2~4次测定。

#### 4.2 试样量

称取0.5000g(含钒0.1%左右称1.0000g)试样。

#### 4.3 空白试验

随同试样做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

#### 4.4 校正试验

随同试样分析同类型(指分析步骤相一致)的标准试样。

#### 4.5 测定

##### 4.5.1 一般试样中钒的测定

4.5.1.1 将试样(4.2)，置于预先盛有4~5g过氧化钠(2.1)的刚玉坩埚中，混匀，再覆盖1g过氧化钠(2.1)。在700℃左右熔融约10min取出冷却。将坩埚放入盛有100ml热水的400ml烧杯中，浸取熔融物。待作用完毕后，用水和少量硫酸(2.3)洗出坩埚，加热煮沸5~6min<sup>①</sup>(可加几粒玻璃球防溅)。取下冷却，加55ml硫酸(2.3)，煮沸片刻，加10ml磷酸(2.6)(称1.000g试样时加15ml磷酸)，继续煮沸至体积为120ml左右。取下冷至10~20℃，加5ml硫酸亚铁溶液(2.7)放置2min。

4.5.1.2 滴加高锰酸钾溶液(2.9)至溶液呈稳定红色并保持5min。加10ml脲溶液(2.10)，滴加亚硝酸钠溶液(2.8)至溶液红色消失，再过量1~2滴，放置2~5min。加入15ml苯代邻氨基苯甲酸溶液(2.13.2)，在电磁搅拌下<sup>②</sup>，用硫酸亚铁铵标准溶液(2.15)逐滴滴至溶液呈黄绿色为终点。

注：① 含钒高的试液和空白溶液煮沸时间可适当延长，以赶走大部分过氧化氢为宜(在煮沸过程中可适当加水补充体积)。

② 低含量钒用硫酸亚铁铵还原很慢，因此，滴定过程一定要用电磁搅拌，逐滴慢加。特别是接近终点时，更要注意，加入1滴后用电磁搅拌片刻，再加1滴，滴加全过程一般控制在10~15min为宜。

##### 4.5.2 含稀土试样中钒的测定

将试样(4.2)置于预先盛有4~5g过氧化钠(2.1)的刚玉坩埚中，混匀，再覆盖1g过氧化钠(2.1)，在700℃左右熔融约10min，取出冷却。将坩埚放入盛有100ml热水的400ml烧杯中，浸取熔融物。待作用完毕后，以水洗出坩埚(保留)，用水稀释至150ml左右，加热煮沸5~6min，取下冷却，过滤于500ml烧杯中。以氢氧化钠溶液(2.12)洗烧杯及沉淀6~7次。浓缩滤液体积，作主液保存。沉淀以热水冲入原烧杯中，并以12ml硫酸(2.4)洗滤纸及刚玉坩埚，再以热水洗滤纸及刚玉坩埚数次。溶液加热煮沸，使铁等沉淀溶解完全(二氧化锰沉淀可不考虑)，取下稍冷，倾入盛有50ml氢氧