



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.12—2017  
代替 GB/T 4698.12—1996

## 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 第 12 部分：钒量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和电感耦合等离子体 原子发射光谱法

Methods for chemical analysis of titanium sponge, titanium and titanium alloys—  
Part 12: Determination of vanadium content—  
Ammonium ferrous sulfate titration and inductively coupled plasma  
atomic emission spectrometry

2017-09-29 发布

2018-04-01 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 4698《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法》分为以下部分：

- 第 1 部分：铜量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 2 部分：铁量的测定；
- 第 3 部分：硅量的测定 钼蓝分光光度法；
- 第 4 部分：锰量的测定 高碘酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 5 部分：钼量的测定 硫氰酸盐分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 6 部分：硼量的测定 次甲基蓝分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法
- 第 7 部分：氧量、氮量的测定；
- 第 8 部分：铝量的测定 碱分离-EDTA 络合滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 9 部分：锡量的测定 碘酸钾滴定法及电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 10 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法(含钒)；
- 第 11 部分：铬量的测定 硫酸亚铁铵滴定法(不含钒)；
- 第 12 部分：钒量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 13 部分：钴量的测定 EDTA 络合滴定法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 14 部分：碳量的测定；
- 第 15 部分：氢量的测定；
- 第 17 部分：镁量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 18 部分：锡量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 19 部分：钨量的测定 硫氰酸盐示差光度法；
- 第 21 部分：锰、铬、镍、铝、钼、锡、钒、钇、铜、铅量的测定 原子发射光谱法
- 第 22 部分：铈量的测定 5-Br-PADAP 分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 23 部分：钡量的测定 氯化亚锡-碘化钾分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 24 部分：镍量的测定 丁二酮肟分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 25 部分：氯量的测定 氯化银分光光度法；
- 第 26 部分：钽量和钨量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 27 部分：铀量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；
- 第 28 部分：钕量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 4698 的第 12 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 4698.12—1996《海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 硫酸亚铁铵滴定法测定钒量》。

本部分与 GB/T 4698.12—1996 相比主要变化如下：

- 删除了“引用标准”(1996 年版的第 2 章)；
- 保留滴定法，测定范围由“1.00%~15.00%”扩大至“1.00%~25.00%”；增加了试样条款(见 2.3)和精密度条款(见 2.6, 1996 年版的第 7 章)
- 增加电感耦合等离子体原子发射光谱法，测定范围为 0.010%~15.00%(见第 3 章)；
- 增加了试验报告条款(见第 4 章)。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分起草单位:西北有色金属研究院、国标(北京)检验认证有限公司、德国耶拿分析仪器股份公司北京代表处、广东省工业分析检测中心、中南大学化学化工学院、湖南出入境检验检疫局技术中心、朝阳金达钛业股份有限公司。

本部分主要起草人:孙宝莲、王金磊、朱丽、李波、禄妮、罗琳、李满芝、张殿凯、陈映纯、李甜、麦丽碧、熊晓燕、许洁瑜、王津、吕万良、沙德仁、陈晓东、李虹昭、刘伟、邓飞跃、刘健、杨万彪、彭丁、李虹昭、刘伟。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 4698.12—1996。

# 海绵钛、钛及钛合金化学分析方法

## 第 12 部分：钒量的测定

### 硫酸亚铁铵滴定法和电感耦合等离子体 原子发射光谱法

#### 1 范围

GB/T 4698 的本部分规定了海绵钛、钛及钛合金中钒量的测定方法。

本部分适用于海绵钛、钛及钛合金中钒量的测定。测定范围：方法一为 1.00%~25.00%；方法二为 0.010%~15.00%。测定范围重叠时，方法一为仲裁分析方法。

#### 2 方法一 硫酸亚铁铵滴定法

##### 2.1 方法提要

试料用硫酸溶解。在硫酸介质中用高锰酸钾将钒氧化，在尿素存在下，加入亚硝酸钠还原过量的高锰酸钾，以 N-苯基邻氨基苯甲酸作指示剂，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定钒。

##### 2.2 试剂

除另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和实验室二级水。

2.2.1 硝酸( $\rho=1.42$  g/L)。

2.2.2 硫酸(1+1)。

2.2.3 高锰酸钾溶液(5 g/L)。

2.2.4 尿素溶液(100 g/L)。

2.2.5 亚硝酸钠溶液(10 g/L)。

2.2.6 钒标准贮存溶液：称取 1.785 g 预先在 105 °C 干燥过的五氧化二钒( $\geq 99.95\%$ )置于 250 mL 烧杯中，加入 50 mL 氢氧化钠溶液(10 g/L)，加热溶解，用硫酸(2.2.2)酸化后再过量 10 mL，移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 mL 含 1 mg 钒。

2.2.7 硫酸亚铁铵标准滴定溶液 [ $c(\text{Fe}^{2+}) \approx 0.01$  mol/L]。

2.2.7.1 配制：称取 4.0 g 硫酸亚铁铵 [ $\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ] 置于 500 mL 烧杯中，加入 200 mL 硫酸(2.2.2)，使其溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

2.2.7.2 标定：按表 1 移取三份钒标准贮存溶液(2.2.6)分别置于三个 300 mL 锥形瓶中，以下按 2.4.4.1~2.4.4.4 进行。平行标定所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液(2.2.7)体积的极差值应不大于 0.10 mL，取其平均值。

按式(1)计算硫酸亚铁铵标准滴定溶液(2.2.7)的实际浓度。

$$c = \frac{m_1}{V_1 \times 0.05094} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$c$  —— 硫酸亚铁铵标准滴定溶液(2.2.7)的实际浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；

$m_1$  —— 钒的质量，单位为克(g)；