



# 中华人民共和国国家标准

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

1988-02-08 发布

1989-01-01 实施

---

国家标准局 发布

# 中华人民共和国国家标准

## 钒化学分析方法 高锰酸钾—硫酸亚铁铵滴定法测定钒量

UDC 669.292  
:543.062

GB 8639.1—88

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( $\rho$  1.84 g/mL)。

2.2 硝酸( $\rho$  1.42 g/mL)。

2.3 磷酸( $\rho$  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[ $c(\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ 约(0.1 mol/L)]：

#### 2.9.1 配制

称取 39.214 g 硫酸亚铁铵[ $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ]，置于 500 mL 烧杯中，加入 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：