



中华人民共和国国家标准

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

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

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。

钒氮合金 钒含量的测定

硫酸亚铁铵滴定法

警告:使用 GB/T 24583 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 24583 的本部分规定了硫酸亚铁铵滴定法测定钒含量。

本部分适用于钒氮合金中钒含量的测定。测定范围(质量分数): $\geq 60.00\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 24583 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 6682 分析实验室用水规范和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

试料以硝酸分解,冒硫酸烟,在适当硫酸酸度下,用高锰酸钾将钒氧化至五价,在尿素存在下,以亚硝酸钠还原过量的高锰酸钾,以 N-苯代邻氨基苯甲酸为指示剂,用硫酸亚铁铵标准溶液滴定,借此测定钒含量。

4 试剂与材料

分析中除另有说明外,仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

4.1 硝酸, $\rho 1.42 \text{ g/mL}$ 。

4.2 硫酸, $\rho 1.84 \text{ g/mL}$ 。

4.3 硫酸,1+1。

4.4 磷酸,1+1。

4.5 硫酸亚铁铵溶液,50 g/L:称取 5 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于 100 mL 硫酸(5+95)中,混匀。

4.6 高锰酸钾溶液,25 g/L。

4.7 尿素溶液,100 g/L。

4.8 亚硝酸钠溶液,20 g/L。

4.9 N-苯代邻氨基苯甲酸指示剂溶液,2 g/L。称取 0.2 g N-苯代邻氨基苯甲酸溶于碳酸钠溶液(2 g/L)中,并用碳酸钠溶液(2 g/L)稀释至 100 mL,混匀。

4.10 硫酸亚铁铵标准溶液,约 0.05 mol/L。

4.10.1 配制

称取 19.7 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,溶于适量硫酸(5+95)中,移入 1 000 mL 容量瓶,用硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。