



中华人民共和国国家标准

GB/T 223.13—2000

钢铁及合金化学分析方法 硫酸亚铁铵滴定法测定钒含量

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The ammonium ferrous sulfate titration method
for the determination of vanadium content

2000-04-11 发布

2000-11-01 实施

国家质量技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钢 铁 及 合 金 化 学 分 析 方 法
硫 酸 亚 铁 铵 滴 定 法 测 定 钒 含 量
GB/T 223.13—2000

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版
北 京 复 兴 门 外 三 里 河 北 街 16 号
邮 政 编 码 : 100045
电 话 : 68522112
中 国 标 准 出 版 社 秦 皇 岛 印 刷 厂 印 刷
新 华 书 店 北 京 发 行 所 发 行 各 地 新 华 书 店 经 售
版 权 专 有 不 得 翻 印

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 1/2 字 数 8 千 字
2000 年 9 月 第 一 版 2000 年 9 月 第 一 次 印 刷
印 数 1—3 000

*

书 号 : 155066 · 1-16935 定 价 6.00 元

*

标 目 418—09

前 言

本标准是对 GB/T 223.13—1989《钢铁及合金化学分析方法 硫酸亚铁铵容量法测定钒量》的修订。

本标准此次修订,增加了“前言”、“2 引用标准”、“5 仪器与设备”、“6 取制样”和“10 试验报告”等章节及内容,并对下列条文进行了修改:

- 原 1,现为 1(修改本章名称及内容);
- 原 3,现为 4(修改本章名称及增加说明内容);
- 原 3.13.2,现为 4.13.2(修改公式中 V_3 说明);
- 原 4.1,现为 7.1(修改称取试料量表示及注);
- 原 5,现为 8(修改结果计算式及式中量的说明)。

GB/T 223 在《钢铁及合金化学分析方法》总标题下,包括若干独立部分,本标准为第 13 部分。

本标准实施之日起,代替 GB/T 223.13—1989《钢铁及合金化学分析方法 硫酸亚铁铵容量法测定钒量》。

本标准由国家冶金工业局提出。

本标准由全国钢标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:北京钢铁研究总院。

本标准参加起草单位:北满特殊钢股份有限公司。

本标准主要起草人:田 玲、毕瑞琨、崔秋红、陈丽红。

本标准 1982 年首次发布,1989 年 3 月第一次修订。

中华人民共和国国家标准

钢铁及合金化学分析方法 硫酸亚铁铵滴定法测定钒含量

GB/T 223.13—2000

代替 GB/T 223.13—1989

Methods for chemical analysis of iron, steel and alloy
The ammonium ferrous sulfate titration method
for the determination of vanadium content

1 范围

本标准规定了用硫酸亚铁铵滴定法测定钒含量的方法。

本标准适用于钢铁及合金中 0.100% (m/m) ~ 3.50% (m/m) 钒含量的测定。

本标准不适用于含钴大于 20% (m/m)、含铈大于 0.01% (m/m) 试料及含铬大于 20% (m/m)、含锰大于 20% (m/m) 或含钨大于 18% (m/m), 含钒小于 0.4% (m/m) 试料中钒含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文, 通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时, 所示版本均为有效。所有标准都会被修订, 使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 222—1984 钢的化学分析用试样取样法及成品化学成分允许偏差

GB/T 6379—1986 测试方法的精密度 通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性

3 方法提要

用适当酸溶解试料后, 在硫酸-磷酸介质中, 于室温用高锰酸钾氧化钒。过量的高锰酸钾以亚硝酸钠还原, 过量的亚硝酸钠以尿素分解。以苯代邻氨基苯甲酸为指示剂, 用硫酸亚铁铵标准溶液滴定钒。

4 试剂与材料

分析中, 除另有说明外, 仅使用分析纯试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

4.1 盐酸(ρ 约 1.19 g/mL)。

4.2 硝酸(ρ 约 1.42 g/mL)。

4.3 硫酸(5+95) 以硫酸(ρ 约 1.84 g/mL) 稀释。

4.4 磷酸(ρ 约 1.69 g/mL)。

4.5 硫酸-磷酸混合酸: 在搅拌下, 缓缓加入 200 mL 硫酸(ρ 约 1.84 g/mL) 于 400 mL 水中, 稍冷, 加 100 mL 磷酸(4.4), 混匀。

4.6 高锰酸钾溶液(3 g/L)。

4.7 亚硝酸钠溶液(20 g/L)。

4.8 尿素溶液(200 g/L)。

4.9 硫酸亚铁铵溶液(40 g/L): 用硫酸(4.3) 配制。

4.10 苯代邻氨基苯甲酸溶液(2 g/L): 称取 0.2 g 苯代邻氨基苯甲酸及 0.2 g 碳酸钠, 溶于水中并稀释

至 100 mL,混匀。

4.11 亚砷酸钠溶液(5 g/L):称取 0.5 g 三氧化二砷,溶于 50 mL 氢氧化钠溶液(50 g/L)中,用硫酸[(1+1),以硫酸(ρ 约 1.84 g/mL)稀释]中和至溶液呈中性,用水稀释至 100 mL,混匀。

4.12 重铬酸钾标准溶液[$c(1/6K_2Cr_2O_7)=0.010\ 00\ \text{mol/L}$]

称取 0.490 3 g 预先经 150℃ 烘 1 h 后并于干燥器中冷却至室温的基准重铬酸钾,置于 300 mL 烧杯中,用水溶解,移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

4.13 硫酸亚铁铵标准溶液 { $c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]=0.01\ \text{mol/L}$ }

4.13.1 配制

称取 4.0 g 六水合硫酸亚铁铵[$(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$],以硫酸(4.3)溶解并稀释至 1 000 mL,混匀。

4.13.2 标定及指示剂校正

取 3 个 250 mL 锥形瓶各加 15 mL 硫酸(ρ 约 1.84 g/mL),10 mL 磷酸(4.4),加热蒸发至冒硫酸烟,稍冷,加 50 mL 水,冷却至室温。各加 10.00 mL 重铬酸钾标准溶液(4.12),摇匀。加 3 滴苯代邻氨基苯甲酸溶液(4.10),用硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)滴定至由玫瑰红色变为亮绿色为终点,读取所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积(V_2)。在滴定完的溶液中,再加 10.00 mL 重铬酸钾标准溶液(4.12),再用硫酸亚铁铵标准溶液(4.13.1)滴定至玫瑰红色变为亮绿色为终点,后者与前者消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积之差值,为 3 滴苯代邻氨基苯甲酸溶液的校正值(V_3)。

3 份重铬酸钾标准溶液所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积的极差值,不超过 0.05 mL,取其平均值。

按式(1)计算硫酸亚铁铵标准溶液的浓度:

$$c_1 = \frac{c \cdot V_1}{V_2 + V_3} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中: c ——重铬酸钾标准溶液的浓度[$c(1/6K_2Cr_2O_7)$],mol/L;

c_1 ——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度{ $c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ },mol/L;

V_1 ——移取重铬酸钾标准溶液(4.12)的体积,mL;

V_2 ——滴定所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积,mL;

V_3 ——苯代邻氨基苯甲酸溶液的校正值,mL。

5 仪器与设备

分析中仅用通常的实验室仪器、设备。

6 取制样

按 GB/T 222 或适当的国家标准取制样。

7 分析步骤

7.1 试料量

按表 1 规定称取试料量,精确至 0.1 mg。

表 1 称取试料量

钒含量 %(m/m)	试料量 g
0.10~0.50	约 1.00
>0.50~3.50	约 0.50

注:若试料中含 20%(m/m)铬或 20%(m/m)锰或 18%(m/m)钨时只能称 0.250 g

7.2 测定

7.2.1 试料溶解

7.2.1.1 一般试料

将试料(7.1)置于250 mL锥形瓶中,加70 mL硫酸-磷酸混合酸(4.5),加热溶解[不易溶解的试料先用适量的盐酸(4.1)及硝酸(4.2)加热溶解后,再加硫酸-磷酸混合酸],滴加硝酸(4.2)氧化,蒸发至冒硫酸烟1~2 min,稍冷。

7.2.1.2 含钨的试料

将试料(7.1)置于250 mL锥形瓶中,加入70 mL硫酸-磷酸混合酸(4.5)加热溶解,补加5 mL磷酸(4.4),滴加硝酸(4.2)氧化,蒸发至冒硫酸烟1~2 min,稍冷。

7.2.1.3 碳化物不易破坏的试料

若按7.2.1.1及7.2.1.2步聚进行至冒硫酸烟时碳化物尚未被破坏,则滴加3~4 mL硝酸(4.2)氧化,并蒸发至冒硫酸烟,稍冷,再滴加硝酸(4.2)氧化,蒸发至冒硫酸烟,如此反复进行,直至碳化物完全破坏为止。

7.2.2 钒的氧化

于溶液(7.2.1)中加50 mL水,加热溶解盐类[如试液中有石墨碳存在,须用中速滤纸过滤,以硫酸(4.3)洗净后,滤纸及沉淀弃去,滤液蒸发浓缩至约50 mL],冷却至室温。加2 mL硫酸亚铁铵溶液(4.9),在不断摇动下,滴加高锰酸钾溶液(4.6)至呈现稳定的紫红色,并过量2~3滴,放置1~2 min。加10 mL尿素溶液(4.8),静置片刻。在振荡下逐滴加入亚硝酸钠溶液(4.7)还原过量的高锰酸钾,并过量1~2滴。加5 mL亚砷酸钠溶液(4.11),再滴加1~2滴亚硝酸钠溶液(4.7),静置2~3 min。

7.2.3 滴定

于试液(7.2.2)中滴加3滴苯代邻氨基苯甲酸溶液(4.10),用硫酸亚铁铵标准溶液(4.13)缓慢滴定,接近终点时,逐滴滴定至溶液由玫瑰红色变为亮绿色为终点。

8 分析结果及其表示

按式(2)计算钒含量,以质量百分数表示:

$$W_v = \frac{c_1(V + V_3) \times \frac{50.94}{1000}}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: c_1 ——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度 $\{c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]\}$, mol/L;

V ——滴定所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积, mL;

V_3 ——苯代邻氨基苯甲酸溶液的校正值, mL;

m ——试料量, g;

50.94——钒的摩尔质量, g/mol。

9 精密度

本标准的精密度是在1988年由11个实验室以6个钒的水平,每个实验室对每个钒的水平按照GB/T 6379的规定测定两次所作的共同试验确定的。精密度见表2。

表2 精密度

水平范围 %(m/m)	重复性 r	再现性 R
0.100~3.50	$\lg r = -1.7150 + 0.4593 \lg m$	$R = 0.02279 + 0.01436m$

如果应用本标准得到的两个独立测定值之间的差值超过表2中所列精密度函数式计算出的重复性值或再现性值,则认为这两个测定值是可疑的。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 鉴别试料、实验室和分析日期的资料；
 - b) 参考本标准所用的方法；
 - c) 分析结果及其表示；
 - d) 测定中观察到的异常现象；
 - e) 对分析结果可能有影响而本标准中未包括的操作，或者任选的操作。
-

版权专有 不得翻印

*

书号：155066·1-16935

定价： 6.00 元

*

标目 418—09