

DB51

四川省地方标准

DB51/T 2037—2015

钒铝合金 钒含量的测定 过硫酸铵氧化—硫酸亚铁铵滴定法

2015 - 09 - 25 发布

2016 - 01 - 01 实施

四川省质量技术监督局 发布

目 次

目次	I
前 言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 原理	1
4 试剂和材料	1
5 试样	2
6 分析步骤	2
7 分析结果及其表示	3
8 允许差	3

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由四川省经济和信息化委员会提出并归口。

本标准由四川省质量技术监督局批准。

本标准起草单位：国家钒钛制品质量监督检验中心、攀钢集团有限公司。

本标准主要起草人：郑小敏、成勇、吴建国、王凤、杨新能、苏洋、汪雪梅、彭慧仙、方霖、但娟、张远琴、冯宗平、周开著、郭锦辉。

钒铝合金 钒含量的测定

过硫酸铵氧化—硫酸亚铁铵滴定法

1 范围

本标准规定了过硫酸铵氧化—硫酸亚铁铵滴定法测定钒含量。
本标准适用于钒铝合金中钒含量的测定，测定范围（质量分数）： $\geq 45.0\%$ 。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶
- GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管
- GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管
- YS/T 579 钒铝中间合金

3 原理

试料经盐酸、硝酸分解，在硫磷混酸介质中，在锰（II）存在下，用过硫酸铵将钒（IV）氧化至钒（V），过量的过硫酸铵煮沸除去，以N-苯基邻氨基苯甲酸为指示剂，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，根据硫酸亚铁铵标准滴定溶液的消耗量计算钒含量。

4 试剂和材料

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 规定的三级以上水或纯度相当的水。

- 4.1 盐酸， ρ 1.19 g/mL。
- 4.2 硝酸， ρ 1.42 g/mL。
- 4.3 磷酸， ρ 1.70 g/mL。
- 4.4 硫酸，1+1。
- 4.5 盐酸，1+1。
- 4.6 硫磷混酸，150+150+700。

先加入 700mL 水，然后加入 150 mL 磷酸，最后边搅拌边缓慢加入 150 mL 硫酸，混合均匀。

- 4.7 二苯胺磺酸钠溶液，2 g/L。

- 4.8 重铬酸钾标准溶液， $c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7) = 0.07000mol/L$ 。

称取经过 105 °C 干燥 2 小时并于干燥器中冷却至室温的 3.4321 g 基准重铬酸钾于烧杯中，加入适量水溶解，冷却后，移入 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度，混匀。

- 4.9 N-苯基邻氨基苯甲酸溶液，2 g/L，现用现配。

称取 0.20 g N-苯基邻氨基苯甲酸溶于碳酸钠溶液（2 g/L）中，并稀释至 100 mL，混匀。

- 4.10 过硫酸铵溶液，250 g/L，现配现用。
- 4.11 硫酸锰溶液，10 g/L。
- 4.12 硫酸亚铁铵标准滴定溶液，约 0.07 mol/L。

4.12.1 配制

称取 27.58 g 硫酸亚铁铵[(NH₄)₂Fe(SO₄)₂·6H₂O]溶于硫酸(5+95)中，移入 1000 mL 容量瓶中，以硫酸(5+95)稀释至刻度，混匀。

4.12.2 标定及校正

移取 5.00 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.12)三份，分别置于 500 mL 锥形瓶中，加入 30 mL 盐酸(4.5)，70 mL 水，20 mL 硫磷混酸(4.6)，4 滴二苯胺磺酸钠指示剂(4.7)，用重铬酸钾标准溶液(4.8)滴定至出现稳定的紫红色为终点，不计读数。向溶液中再加入 20.00 mL 硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.12)，用重铬酸钾标准溶液(4.8)滴定至出现稳定的紫红色为终点，记下所消耗的重铬酸钾标准溶液体积 V₁。

三份重铬酸钾标准溶液所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积的极差不超过 0.05 mL，取其平均值，按式(1)计算硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度：

$$c = \frac{c_1 \times V_1}{20.00} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- c——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度，单位：mol/L；
- c₁——重铬酸钾标准溶液的浓度，单位：mol/L；
- V₁——标定时所消耗的重铬酸钾标准溶液的体积，单位：mL；
- 20.00——移取硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积，单位：mL。

4.13 钒标准溶液，1.0 mg/mL。

称取 1.7843 g 预先经 105 °C ± 5 °C 烘 2 小时后并于干燥器中冷却至室温的五氧化二钒(含量不小于 99.95%)于 500 mL 烧杯中，加入 50 mL 硫酸(4.4)，加热溶解后，取下，冷却后转入 1000 mL 容量瓶，稀释至刻度，混匀。

5 试样

5.1 取样

化学成分分析用试样按 YS/T 579 的要求取样。

5.2 制样

试样应通过 0.180 mm 的筛孔，置于干燥器中待测。

6 分析步骤

6.1 试料量

称取 0.150 g 试样，精确到 0.1 mg。

6.2 测定次数

同一试料，应独立测定不少于 2 次。

注：“独立”是指在同一实验室，由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法，在短时间内对同一被测对象

独立进行测试。

6.3 空白试验

随同试料进行空白试验的预处理试液，在加入过硫酸铵前，加入5.00 mL钒标准溶液（4.13），后续操作按6.4.2进行，消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液（4.12）体积记为 V_2 。在滴定完溶液中，再加5.00 mL钒标准溶液（4.13），用硫酸亚铁铵标准滴定溶液（4.12）缓慢滴定，接近终点时，逐滴至溶液由紫红色变为黄绿色为终点，消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积 V_3 。试料分析用试剂空白 $V_0 = V_2 - V_3$ 。

6.4 测定

6.4.1 将试料按6.1的要求置于500 mL锥形瓶中，加入15 mL盐酸（4.1）、10 mL硝酸（4.2），低温加热至试料完全分解，取下稍冷，加入40 mL硫酸（4.4），加热至冒硫酸烟2 min~3 min，取下冷却，加5 mL磷酸（4.3），加水至试液体积120 mL，加热煮沸溶解盐类。

6.4.2 向试液中加入5 mL硫酸锰溶液（4.11），25 mL过硫酸铵溶液（4.10），加热煮沸至冒大气泡后，取下，用少量水冲洗瓶壁，再煮沸2 min~3 min，取下冷却至室温。

6.4.3 加入4滴N-苯基邻氨基苯甲酸溶液（4.9），用硫酸亚铁铵标准滴定溶液（4.12）滴定至溶液由紫红色变为黄绿色为终点，记下所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液（4.12）的体积 V 。

7 分析结果及其表示

7.1 结果计算

按式（2）计算试料中钒含量 W_V ，以质量百分数表示：

$$W_V = \frac{c \times (V - V_0) \times 50.94}{m_1 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度，单位：mol/L；

V ——滴定试液所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积，单位：mL；

V_0 ——试剂空白，单位：mL；

m_1 ——试料质量，单位：g；

50.94——钒的摩尔质量，单位：g/mol。

7.2 最终分析结果

同一试样两次测定结果的差值如不大于允许差，取其算术平均值作为分析结果，否则进行第三次测定；如三次测定结果的极差值不大于1.2倍允许差，取三次测定结果的算术平均值作为分析结果，否则进行第四次测定；四次测定结果的极差值如不大于1.3倍允许差，取四次测定结果的算术平均值作为分析结果，否则应查明原因重新分析。

分析结果应按GB/T 8170的规定修约至与允许差小数相同位数。

8 允许差

同一试样的两个分析结果的差值不大于0.40%。