

中华人民共和国国家标准

铁矿石化学分析方法
硫酸亚铁容量法测定钒量

Methods for chemical analysis of iron ores
The ferrous sulfate volumetric method for
the determination of vanadium content

UDC 622.341.1
:543.06

GB 6730.32—86

代替GB 1376—78

本标准适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿中钒量的测定。测定范围：0.1%以上。
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

试样用过氧化钠分解，硫酸酸化，先用亚铁将钒、铬等还原，再用高锰酸钾将钒（IV）氧化至钒（V），过量的高锰酸钾在脲存在下以亚硝酸钠还原。以苯代邻氨基苯甲酸为指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液进行滴定，借此测定钒量。

2 试剂

2.1 过氧化钠。

2.2 硫酸（ ρ 1.84g/ml）。

2.3 硫酸（1 + 1）。

2.4 硫酸（1 + 3）。

2.5 磷酸（ ρ 1.70g/ml）。

2.6 磷酸（1 + 1）。

2.7 硫酸亚铁溶液（5%）：称取5g硫酸亚铁溶于适量硫酸（5 + 95）中，并稀释至100ml，混匀。用时现配。

2.8 亚硝酸钠溶液（1%）。

2.9 高锰酸钾溶液（2%）：称取2g高锰酸钾溶于沸水中，冷却后稀释至100ml，贮于棕色瓶中。

2.10 脲溶液（10%）。用时现配。

2.11 氢氧化钠溶液（26%）。

2.12 氢氧化钠溶液（4%）。

2.13 苯代邻氨基苯甲酸溶液：

2.13.1 称取0.1g苯代邻氨基苯甲酸溶于500ml微热的碳酸钠（0.2%）溶液中，贮于棕色瓶中。

2.13.2 称取10mg五氧化二钒（也可用钒酸铵灼烧成的五氧化二钒）加45ml硫酸（2.3），5ml磷酸（2.6）、60ml水，加热溶解后，冷至室温，加入10ml苯代邻氨基苯甲酸溶液（2.13.1），在电磁搅拌下用硫酸亚铁铵标准溶液（2.15）进行滴定至亮黄绿色即可，此时总体积约为150ml。用时现配。

2.14 钒标准溶液：称取0.2678g预先在105℃烘干1h的五氧化二钒（基准试剂），溶于盛有100ml硫酸（2.3）的400ml烧杯中，加热溶解。待完全溶解后，冷至室温，移入1000ml容量瓶中，以水稀释至刻度，混匀。此溶液1ml含150.0μg钒。

2.15 硫酸亚铁铵标准溶液（约0.003 mol/l）：称取1.18g硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于盛有硫酸（5 + 95）的1000ml容量瓶中，并用上述硫酸稀释至刻度，混匀。

国家标准局1986-08-19发布

1987-08-01实施

标定：移取10.00ml 钒标准溶液，置于400ml 烧杯中，加5ml 磷酸（2.6）、45ml 硫酸（2.3），用水调节体积至100ml 左右，冷却至10~20℃，加5ml 硫酸亚铁（2.7），放置2 min，以下按4.5.1.2 进行。

同时标定三份，取平均值。按式（1）计算硫酸亚铁铵标准溶液对钒的滴定度：

$$T = m/V \dots\dots\dots (1)$$

式中：T——硫酸亚铁铵标准溶液对钒的滴定度，g/ml；

m——钒量，g；

V——标定时消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积，ml。

3 试样

3.1 一般试样粒度应小于100μm，如试样中结合水或易氧化物质含量高时，其粒度应小于160μm。

3.2 预干燥不影响试样组成者应按GB 6730.1—86《铁矿石化学分析方法 分析用预干燥试样的制备》进行。

4 分析步骤

4.1 测定数量

同一试样，在同一试验室，应由同一操作者在不同时间内进行2~4次测定。

4.2 试样量

称取0.5000g(含钒0.1%左右称1.0000g)试样。

4.3 空白试验

随同试样做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

4.4 校正试验

随同试样分析同类型（指分析步骤相一致）的标准试样。

4.5 测定

4.5.1 一般试样中钒的测定

4.5.1.1 将试样（4.2），置于预先盛有4~5g过氧化钠（2.1）的刚玉坩埚中，混匀，再覆盖1g过氧化钠（2.1）。在700℃左右熔融约10min取出冷却。将坩埚放入盛有100ml 热水的400ml 烧杯中，浸取熔融物。待作用完毕后，用水和少量硫酸（2.3）洗出坩埚，加热煮沸5~6min^①（可加几粒玻璃球防溅）。取下冷却，加55ml 硫酸（2.3），煮沸片刻，加10ml 磷酸（2.6）（称1.000g试样时加15ml 磷酸），继续煮沸至体积为120ml 左右。取下冷至10~20℃，加5ml 硫酸亚铁溶液（2.7）放置2 min。

4.5.1.2 滴加高锰酸钾溶液（2.9）至溶液呈稳定红色并保持5 min。加10ml 脲溶液（2.10），滴加亚硝酸钠溶液（2.8）至溶液红色消失，再过量1~2滴，放置2~5 min。加入15ml 苯代邻氨基苯甲酸溶液（2.13.2），在电磁搅拌下^②，用硫酸亚铁铵标准溶液（2.15）逐滴滴至溶液呈黄绿色为终点。

注：① 含钒高的试液和空白溶液煮沸时间可适当延长，以赶尽大部分过氧化氢为宜（在煮沸过程中可适当加水补充体积）。

② 低含量钒用硫酸亚铁铵还原很慢，因此，滴定过程一定要用电磁搅拌，逐滴慢加。特别是接近终点时，更要注意，加入1滴后用电磁搅拌片刻，再加1滴，滴加全过程一般控制在10~15min为宜。

4.5.2 含稀土试样中钒的测定

将试样（4.2）置于预先盛有4~5g过氧化钠（2.1）的刚玉坩埚中，混匀，再覆盖1g过氧化钠（2.1），在700℃左右熔融约10min，取出冷却。将坩埚放入盛有100ml 热水的400ml 烧杯中，浸取熔融物。待作用完毕后，以水洗出坩埚（保留），用水稀释至150ml 左右，加热煮沸5~6min，取下冷却，过滤于500ml 烧杯中。以氢氧化钠溶液（2.12）洗烧杯及沉淀6~7次。浓缩滤液体积，作主液保存。沉淀以热水冲入原烧杯中，并以12ml 硫酸（2.4）洗滤纸及刚玉坩埚，再以热水洗滤纸及刚玉坩埚数次。溶液加热煮沸，使铁等沉淀溶解完全（二氧化锰沉淀可不考虑），取下稍冷，倾入盛有50ml 氢氧

化钠溶液 (2.11) 的另一烧杯中, 洗净原烧杯。将溶液加热煮沸, 浓缩至体积为 130 ml 左右, 取下冷却。过滤于 500 ml 烧杯中, 与主液合并, 再以氢氧化钠溶液 (2.12) 洗沉淀及烧杯 6 ~ 7 次, 弃去沉淀。滤液加热浓缩至体积为 180 ml 左右, 取下冷却。以硫酸 (2.3) 中和至氢氧化铝沉淀恰好溶解。再过量 45 ml, 加 5 ml 磷酸 (2.6)。继续煮沸浓缩至体积为 120 ml 左右, 取下冷却至 10 ~ 20℃, 加 5 ml 硫酸亚铁溶液 (2.7), 放置 2 min。以下按 4.5.1.2 进行。

4.5.3 空白值的测定

将随同试样所得空白溶液, 冷却至 10 ~ 20℃, 加入 0.030 mg 钒, 加入 5 ml 硫酸亚铁溶液 (2.7), 放置 2 min。以下按 4.5.1.2 进行。扣除加入 0.030 mg 钒按滴定度应消耗的硫酸亚铁铵标准溶液的体积, 即为空白值。

5 分析结果的计算

5.1 按式 (2) 计算钒的百分含量:

$$V(\%) = \frac{T \times (V - V_0)}{m} \times 100 \times K \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中: T ——硫酸亚铁铵标准溶液对钒的滴定度, g/ml;

V ——滴定试液所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积, ml;

V_0 ——滴定空白所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积, ml;

m ——试样量, g;

K ——由公式 $K = \frac{100}{100 - A}$ 所得的换算系数 (如使用预干燥试样, 则 $K = 1$), A 是按 GB 6730.3—86《铁矿石化学分析方法 重量法测定分析试样中吸湿水量》测定得到的吸湿水质量百分数。

5.2 分析值的验收:

当平行分析同类型标准试样所得的分析值与标准值之差不大于表 1 所列的允许差时, 则试样分析值有效, 否则无效, 应重新分析。分析值是否有效首先取决于平行分析的标准试样的分析值是否与标准值一致。

当所得试样的两个有效分析值之差, 不大于表 1 所列允许差时, 则可予以平均, 计算为最终分析结果。如二者之差大于允许差时, 则应按附录 A 的规定, 进行追加分析和数据处理。

5.3 最终结果的计算:

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数第五位, 并按数字修约规则的规定修约至小数第三位。

6 允许差

表 1 %

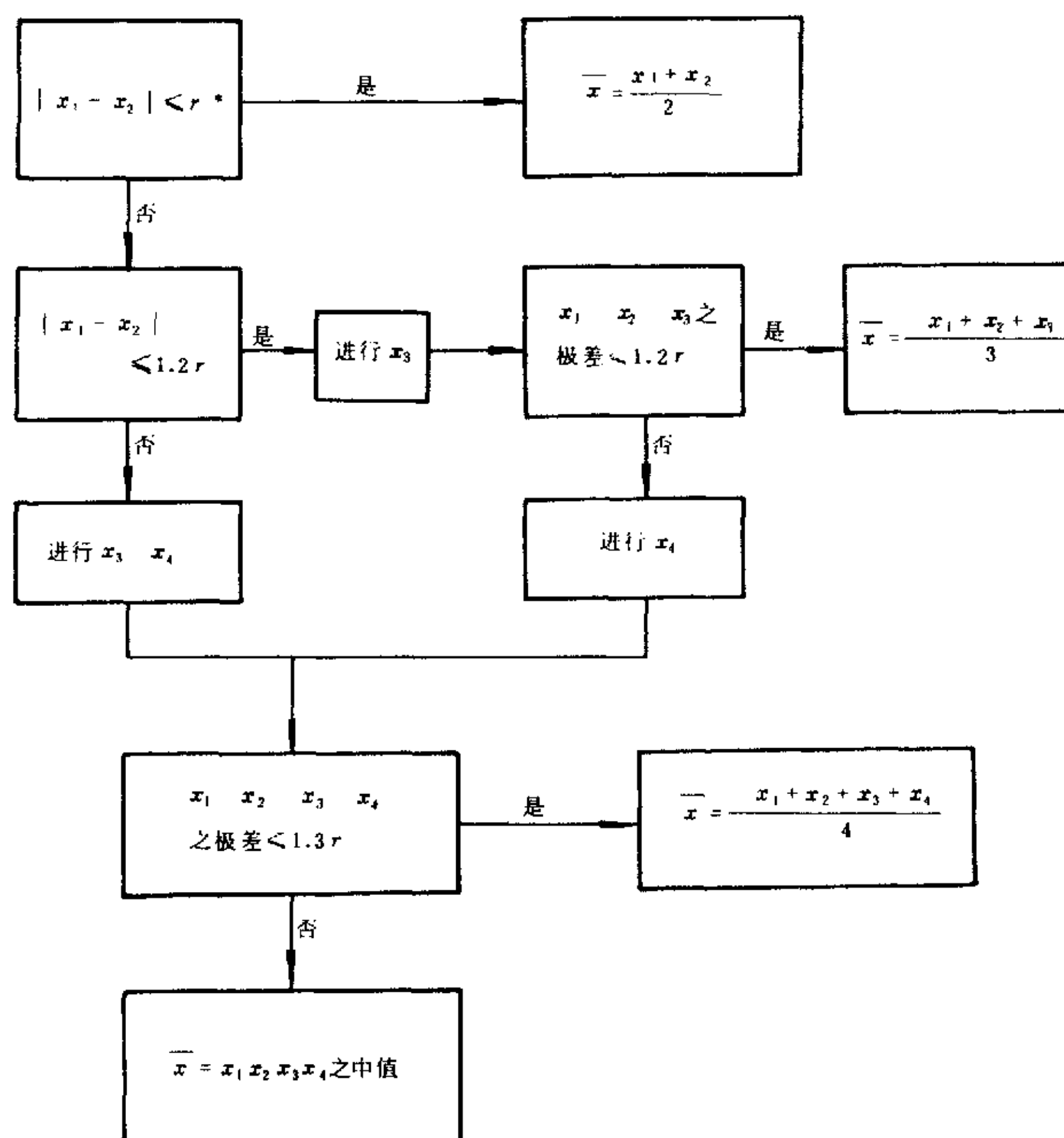
钒量	标样允许差	试样允许差
>0.060 ~ 0.100	± 0.006	0.009
>0.100 ~ 0.180	± 0.008	0.012
>0.180	± 0.010	0.014

7 氧化物系数

按式(3)计算五氧化二钒百分含量:

$$V_2O_5 (\%) = 1.7852 \times V (\%) \quad \dots\dots\dots (3)$$

附录 A
验收试样分析值程序
(补充件)



* r即表 1 中所列允许差。

附加说明:

本标准由中华人民共和国冶金工业部提出。

本标准由包头钢铁公司负责起草。

本标准由马钢钢研所起草。

本标准主要起草人车传化、刘荫兰、张恒。

自本标准实施之日起,原冶金工业部部标准YB 506—65《钒钛磁铁矿化学分析方法》中钒的测定作废。