



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 8704.5—2007  
代替 GB/T 8704.5—1994

## 钒铁 钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法和电位滴定法

Ferrovandium—Determination of vanadium content—  
The ammonium ferrous sulfate titrimetric method  
and the potentiometric titrimetric method

2007-09-11 发布

2008-02-01 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 8704 的本部分包括了硫酸亚铁铵滴定法和电位滴定法两个测定钒铁中钒含量的分析方法，本部分代替 GB/T 8704.5—1994《钒铁化学分析方法 电位滴定法测定钒量》。

本部分与 GB/T 8704.5—1994 比较，其主要变化如下：

- 新增加了硫酸亚铁铵滴定法；
- 测定范围由 $\leq 85.00\%$ 调整为 $35.00\% \sim 85.00\%$ ；
- 取消使用亚砷酸钠溶液。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由冶金工业信息标准研究院归口。

本部分起草单位：四川川投峨眉铁合金(集团)有限责任公司。

本部分主要起草人：唐华应、薛秀萍。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 8704.5—1994。

# 钒铁 钒含量的测定

## 硫酸亚铁铵滴定法和电位滴定法

**警告**——使用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 8704 的本部分规定了用硫酸亚铁铵滴定法和电位滴定法测定钒铁中的钒量。  
本部分适用于钒铁中钒含量的测定,测定范围(质量分数):35.00%~85.00%。

### 2 规范性引用文件

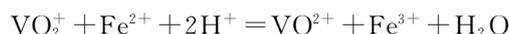
下列文件中的条款通过 GB/T 8704 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 4010 铁合金化学分析用试样的采取和制备

### 3 方法一:硫酸亚铁铵滴定法

#### 3.1 原理

试料用硝酸、磷酸和硫酸混合酸溶解,在 15%~20% 的硫酸酸度下,过硫酸铵将钒(IV)氧化成钒(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,用硫酸亚铁铵标准溶液进行滴定。试液中含 75 mg 二价锰、50 mg 三价铬不干扰测定。根据硫酸亚铁铵标准溶液的消耗量,计算钒含量。其反应式如下:



#### 3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或与其纯度相当的水。

3.2.1 过硫酸铵,固体。

3.2.2 硝酸, $\rho$ 1.42 g/mL。

3.2.3 磷酸, $\rho$ 1.70 g/mL。

3.2.4 硫酸,1+1。

3.2.5 钒标准溶液, $c(\text{V})=0.070\ 00\ \text{mol/L}$ 。

称取 6.500 0 g 预先经 110℃±5℃ 烘 2 h 后并于干燥器中冷却至室温的高纯五氧化二钒(≥99.99%)于 1 000 mL 的烧杯中,加入 50 mL 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL),加热溶解完全,取下,冷却,加水 500 mL,搅匀,冷却至室温,移入 1 000 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

3.2.6 重铬酸钾标准溶液, $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.070\ 00\ \text{mol/L}$ 。

称取 3.432 1 g 经预先在 150℃ 烘干 2 h 并置于干燥器中冷至室温的基准重铬酸钾,置于 300 mL 烧杯中,用水溶解完全,移入 1 000 mL 的容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.2.7 硫酸亚铁铵标准溶液。

3.2.7.1 硫酸亚铁铵标准滴定溶液, $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 约为 0.07 mol/L。

称取 27.45 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 置于 500 mL 烧杯中,用适量硫酸(5+95)溶