

中华人民共和国有色金属行业标准

YS/T 807.13—2012

铝中间合金化学分析方法 第 13 部分：钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法

Chemical analysis methods of aluminum hardeners—
Part 13: Determination of vanadium content—
Ferrous ammonium sulfate titrimetric method

2012-11-07 发布

2013-03-01 实施

前 言

YS/T 807—2012《铝中间合金化学分析方法》分为 14 个部分：

- 第 1 部分：铁含量的测定 重铬酸钾滴定法；
- 第 2 部分：锰含量的测定 高碘酸钾分光光度法；
- 第 3 部分：镍含量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 4 部分：铬含量的测定 过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 5 部分：铅含量的测定 EDTA 滴定法；
- 第 6 部分：硼含量的测定 离子选择电极法；
- 第 7 部分：铍含量的测定 依莱铬氰兰 R 分光光度法；
- 第 8 部分：铈含量的测定 碘化钾分光光度法；
- 第 9 部分：铋含量的测定 碘化钾分光光度法；
- 第 10 部分：钾含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 11 部分：钠含量的测定 火焰原子吸收光谱法；
- 第 12 部分：铜含量的测定 硫代硫酸钠滴定法；
- 第 13 部分：钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 14 部分：铊含量的测定 EDTA 滴定法。

本部分为第 13 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会(SAC/TC 243)归口。

本部分负责起草单位：中国铝业股份有限公司郑州研究院、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位：广州有色金属研究院、北京有色金属研究总院、抚顺铝业有限公司。

本部分主要起草人：黄葡英、戴凤英、张永进、程紫辉、原建昌、吴玉春、李春英。

铝中间合金化学分析方法

第 13 部分:钒含量的测定

硫酸亚铁铵滴定法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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

YS/T 807 的本部分规定了铝中间合金中钒含量的测定方法。

本部分适用于铝中间合金中钒含量的测定。测定范围为 2.00%~12.00%。

2 方法提要

试料经硫酸-硝酸-磷酸溶解后,用高锰酸钾将钒氧化至高价,在尿素的存在下,用亚硝酸钠分解过量的高锰酸钾,以苯代邻氨基苯甲酸作指示剂,用硫酸亚铁铵标准溶液进行滴定。

3 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用优级纯试剂和亚沸水或不含钾的蒸馏水。

3.1 磷酸($\rho=1.70$ g/mL)。

3.2 硫酸($\rho=1.84$ g/mL)。

3.3 硝酸($\rho=1.42$ g/mL)。

3.4 高锰酸钾溶液(25 g/L)。

3.5 尿素溶液(200 g/L)。

3.6 亚硝酸钠溶液(10 g/L)。

3.7 苯代邻氨基苯甲酸指示剂(2 g/L):称取 0.2 g 苯代邻氨基苯甲酸溶于 100 mL 碳酸钠溶液(2 g/L)中,混匀。

3.8 钒标准溶液(0.020 0 mol/L):称取 2.2941 g 预先在 105 °C~110 °C 烘 2 h 的偏钒酸铵(纯度>99.99%),置于 400 mL 烧杯中,加入约 10 mL 水、100 mL 硫酸(1+1),加热溶解完全并微冒硫酸烟,取下冷却,加入 200 mL 水,加热溶解盐类,取下冷却至室温,移入 1 000 mL 容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

3.9 硫酸亚铁铵标准溶液(0.02 mol/L)

3.9.1 配制:称取 7.8 g 硫酸亚铁铵于 500 mL 烧杯中,加入 300 mL 硫酸(5+95),搅拌溶解。移入 1 000 mL 容量瓶中,以硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。放置过夜。

3.9.2 标定:移取 25.00 mL 钒标准溶液(3.8)置于 300 mL 锥形瓶中(随同做空白试验),加入 15 mL 硫酸(3.2)及 15 mL 磷酸(3.1),混匀。加水至 100 mL,冷却至室温,滴加 3 滴苯代邻氨基苯甲酸指示剂(3.7),用硫酸亚铁铵标准溶液(3.9)滴定溶液由紫红色到亮绿色为终点。

按式(1)计算硫酸亚铁铵标准溶液的浓度: