



中华人民共和国国家标准

GB/T 4698.12—1996

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 硫酸亚铁铵滴定法测定钒量

Sponge titanium, titanium and titanium alloys—
Determination of vanadium content—
Ammonium ferrous sulfate titration method

1996-11-04 发布

1997-04-01 实施

国家技术监督局 发布

中华人民共和国国家标准

海绵钛、钛及钛合金化学分析方法 硫酸亚铁铵滴定法测定钒量

GB/T 4698.12—1996

代替 GB 4698.12—84

Sponge titanium, titanium and titanium
alloys—Determination of vanadium content
—Ammonium ferrous sulfate titration method

1 主题内容与适用范围

本标准规定了钛合金中钒含量的测定方法。

本标准适用于钛合金中钒含量的测定。测定范围：1.00%~15.00%。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 1467 冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定

3 方法原理

试料用硫酸溶解，在硫酸介质中用高锰酸钾将钒氧化，在尿素存在下，加入亚硝酸钠还原过量的高锰酸钾，以 *N*-苯基邻氨基苯甲酸作指示剂，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定钒，从而求得钒的含量。

4 试剂

4.1 硝酸(ρ 1.42 g/ml)。

4.2 硫酸(1+1)。

4.3 高锰酸钾溶液(5 g/L)。

4.4 尿素溶液(100 g/L)。

4.5 亚硝酸钠溶液(10 g/L)。

4.6 钒标准溶液：称取 1.785 g 预先在 105℃干燥过的五氧化二钒(>99.95%)置于 250 ml 烧杯中，加入 50 ml 氢氧化钠溶液(10 g/L)，加热溶解，用硫酸(4.2)酸化后再过量 10 ml，移入 1 000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。此溶液 1 ml 含 0.001 0 g 钒。

4.7 硫酸亚铁铵标准滴定溶液[$c(\text{Fe}^{2+})=0.01 \text{ mol/L}$]。

4.7.1 配制：称取 4.0 g 硫酸亚铁铵[$\text{Fe}(\text{SO}_4) \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]置于 500 ml 烧杯中，加入 200 ml 硫酸(4.2)，使其溶解。移入 1 000 ml 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

4.7.2 标定：称取三份各 10.00 ml 钒标准溶液(4.6)分别置于三个 300 ml 锥形瓶中，各加入 25 ml 硫酸(4.2)，以下按 5.2.3~5.2.5 条进行。平行标定所消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.7)体积的极差值应不大于 0.10 ml，取其平均值。

按公式(1)计算硫酸亚铁铵滴定溶液(4.7)的实际浓度。