



中华人民共和国国家标准

GB/T 24583.1—2019
代替 GB/T 24583.1—2009

钒氮合金 钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法

Vanadium-nitrogen—Determination of vanadium content—
Ammonium ferrous sulfate titration method

2019-06-04 发布

2020-05-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
钒氮合金 钒含量的测定
硫酸亚铁铵滴定法
GB/T 24583.1—2019

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2019年6月第一版

*

书号: 155066·1-62918

版权专有 侵权必究

前 言

GB/T 24583 钒氮合金的分析方法共分为 8 个部分：

- GB/T 24583.1 钒氮合金 钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- GB/T 24583.2 钒氮合金 氮含量的测定 惰性气体熔融热导法；
- GB/T 24583.3 钒氮合金 氮含量的测定 蒸馏-中和滴定法；
- GB/T 24583.4 钒氮合金 碳含量的测定 红外线吸收法；
- GB/T 24583.5 钒氮合金 磷含量的测定 铋磷钼蓝分光光度法；
- GB/T 24583.6 钒氮合金 硫含量的测定 红外线吸收法；
- GB/T 24583.7 钒氮合金 氧含量的测定 红外线吸收法；
- GB/T 24583.8 钒氮合金 硅、锰、磷、铝含量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

本部分为 GB/T 24583 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 24583.1—2009《钒氮合金 钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法》。本部分与 GB/T 24583.1—2009 相比,主要技术变化如下：

- 修改了“规范性引用文件”(见第 2 章,2009 年版的第 2 章)；
- 增加了“仪器”(见第 5 章)；
- 修改了硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度及标定方法(见 4.11,2009 年版的 4.10)；
- 修改了试样的采取和制备方法(见第 6 章,2009 年版的第 6 章)；
- 修改了试料量(见 7.2,2009 年版的 6.1)；
- 修改了试料分解方法(见 7.5.1.1,2009 年版的 6.4)；
- 增加了过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定法(见 7.5.2)；
- 修改了分析结果的确定和表示(见第 8 章,2009 年版的第 7 章)；
- 用实验室间精密密度共同试验数据统计的重复性限 r 和再现性限 R 代替了允许差(见第 9 章,2009 年版的第 8 章)。

本部分由中国钢铁工业协会提出。

本部分由全国生铁及铁合金标准化技术委员会(SAC/TC 318)归口。

本部分起草单位:攀钢集团有限公司、河钢股份有限公司承德分公司、国家钒钛制品质量监督检验中心、冶金工业信息标准研究院。

本部分主要起草人:杨新能、冯宗平、郑小敏、周开著、李兰杰、罗平、章伟、李小青、刘雅健、李秀峰、仲利、黄荣艳、杨大军、王娟、卢春生。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 24583.1—2009。

钒氮合金 钒含量的测定

硫酸亚铁铵滴定法

警示——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 24583 的本部分规定了硫酸亚铁铵滴定法测定钒氮合金中的钒含量。
本部分适用于钒氮合金中钒含量的测定。测定范围(质量分数): $\geq 60.00\%$ 。

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 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法

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 12805 实验室玻璃仪器 滴定管

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

GB/T 20567 钒氮合金

3 原理

试料用硝酸、硫酸和磷酸混合酸溶解,在15%~25%硫酸介质中,用高锰酸钾溶液或过硫酸铵将钒(IV)氧化至钒(V)后,以N-苯代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试样中钒的含量。

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规定的三级及三级以上蒸馏水或去离子水或纯度相当的水。

4.1 过硫酸铵。

4.2 磷酸, $\rho = 1.69 \text{ g/mL}$ 。

4.3 硝酸, $\rho = 1.42 \text{ g/mL}$ 。

4.4 硫酸,1+1。

4.5 硫酸亚铁铵溶液,50 g/L。

称取5 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶解于100 mL 硫酸(5+95)中,混匀。