

团体标准

T/CSTM XXXXX—202X

偏钒酸钾分析方法 第 1 部分：钒含量的测定 高锰酸钾氧化—硫酸亚铁铵滴定法

**Potassium metavanadate—Determination of vanadium content —The
potassium permanganate oxidation-ammonium ferrous sulfate titrimetric
method**

(征求意见稿)

202X - XX - XX 发布

202X - XX - XX 实施

中关村材料试验技术联盟

前 言

本文件参照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和 GB/T 20001.4—2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

本部分为 T/CSTM XXXX《偏钒酸钾》的第1部分。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国材料与试验标准化委员会钒钛综合利用标准化领域委员会（CSTM/FC20）提出。

本文件由中国材料与试验标准化委员会钒钛综合利用标准化领域委员会（CSTM/FC20）归口。

偏钒酸钾分析方法 第 1 部分：钒量的测定 高锰酸钾氧化—硫酸亚铁铵滴定法

重要提示：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

本文件描述了采用高锰酸钾氧化—硫酸亚铁铵滴定法测定钒含量的方法。

本文件适用于偏钒酸钾中钒含量的测定，测定范围（质量分数）为 10.0%~37.0%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 6679 固体化工产品采样通则

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 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB/T 12807 实验室玻璃仪器 分度吸量管

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单标线吸量管

3 术语与定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样以硫酸酸化，用高锰酸钾将钒氧化至五价，在尿素介质中，过量的高锰酸钾被亚硝酸钠还原分解，以 N—苯基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。

5 试剂与材料

除另有说明外，分析中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。

5.1 尿素，固体。

5.2 硫酸，1+1。

5.3 磷酸，1+1。

5.4 高锰酸钾，25 g/L。

称取 25 g 高锰酸钾溶于水中并稀释至 1L。

5.5 亚硝酸钠溶液，20g/L。

称取 20 g 亚硝酸钠溶于水中稀释至 1L。

5.6 重铬酸钾标准溶液， $c(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)=0.05000$ mol/L。

称取 2.4516 g 预先在 120°C~150°C 烘箱中烘 2h，并置于干燥器中冷却至室温的基准重铬酸钾，置于 400 mL 烧杯中，加入 300 mL 水，搅拌使其溶解完全，移入 1000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.7 硫酸亚铁铵标准滴定溶液，约为 0.05 mol/L。

5.7.1 配制

称取 19.70 g 硫酸亚铁铵 $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ ，置于 300 mL 烧杯中，溶于适量硫酸（5+95）中，用硫酸（5+95）稀释至 1000 mL 硫酸，混匀。

5.7.2 标定及指示剂的校正

5.7.2.1 分别移取三份 5.00 mL 重铬酸钾标准溶液（见 5.6）置于一组 500 mL 锥形瓶中，依次加入 10 mL 磷酸（见 5.3），20 mL 硫酸（见 5.2），70 mL 水，混匀。冷却至室温，加入 3 滴 N—苯基邻氨基苯甲酸溶液（见 5.9），用硫酸亚铁铵标准滴定溶液（见 5.7）滴定至溶液由紫红色变为亮绿色为终点，不计消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积。

5.7.2.2 于 5.7.2.1 中准确加入 25.00 mL (V_{01}) 重铬酸钾标准溶液，再用硫酸亚铁铵标准滴定溶液（见 5.7）滴定至溶液由紫红色转为亮绿色为终点，计消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积为 V_1 。三份所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积的极差不超过 0.05 mL，取其平均值。

5.7.2.3 按式（1）计算硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度：

$$c_1 = \frac{c_{01} \times V_{01}}{V_1} \quad (1)$$

式中：

c_1 —硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

c_{01} —重铬酸钾标准溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_{01} —重铬酸钾标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；

V_1 —标定时消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）。

5.8 钒标准溶液，1.0 mg/mL。

称取 0.4463 g 预先经 110 °C ± 5 °C 烘 2 h 并于干燥器中冷却至室温的五氧化二钒（含量不小于 99.95%），置于 500 mL 烧杯中，沿杯壁加约 10 mL 水湿润并摇散，加入 25 mL 硫酸（见 5.2）加热溶解后，取下冷却，混匀，冷却至室温后，移入 250 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。

5.9 N—苯基邻氨基苯甲酸溶液，2 g/L。

取 0.2 g N—苯基邻氨基苯甲酸指示剂溶于 100 mL 微热的碳酸钠溶液（2 g/L）中，混匀。

6 仪器与设备

- 6.1 容量瓶、滴定管及吸量管应分别符合 GB/T 12806、GB/T12807 和 GB/T12808 要求。
- 6.2 天平，分度值:0.0001 g。
- 6.3 烘箱。

7 样品

分析用实验室样品应按 GB/T 6679 进行取样，试样应全部通过 0.125 mm 试验筛，在 105 °C ± 2 °C 温度下干燥，于干燥器中冷却至室温备用。

8 分析步骤

8.1 测定次数

同一试料（见 8.2），至少独立测定 2 次。

注：“独立”是指再次及后续任何一次测定结果不受前面测定结果的影响。本分析方法中，此条件意味着同一操作者在不同的时间或不同操作者进行重复测定，包括采用适当的再校准。

8.2 试料量

称取试料 0.25 g，精确至 0.1 mg。

8.3 空白试验

随同试料进行空白试验。于 500 mL 锥形瓶中加入 100 mL 蒸馏水、25.00 mL 钒标准溶液（见 5.8）、3 滴 N—苯基邻氨基苯甲酸溶液（见 5.9）后，用硫酸亚铁铵标准滴定溶液滴定，溶液由紫红色变为亮绿色为终点，消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液（见 5.7）体积计为 V_2 。再加入 25.00 mL 钒标准溶液（见 5.8），用硫酸亚铁铵标准滴定溶液（见 5.7）再次滴定至终点，消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积计为 V_3 。试料分析用试剂空白 $V_0 = V_2 - V_3$ 。

8.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品。

8.5 测定

8.5.1 将试料（见 8.2）置于 500 mL 锥形瓶中，沿瓶壁加少许水润湿试样，依次加入 50 mL 水，10 mL 磷酸（见 5.3），40 mL 硫酸（见 5.2），低温加热至试料分解完全，冷却至室温，以水稀释至体积约 150 mL。

8.5.2 在 8.5.1 中滴加高锰酸钾溶液（见 5.4）至摇动后溶液呈现的微紫红色不消失并过量 1 滴~2 滴，再次充分摇动，静置 5 min。加入 2 g 尿素（见 5.1），滴加亚硝酸钠溶液（见 5.5）至紫红色恰好消失并过量 1~2 滴，充分摇动，静置约 3 min。

8.5.3 在 8.5.2 中加入 3 滴 N—苯基邻氨基苯甲酸溶液（见 5.9），用硫酸亚铁铵标准溶液（见 5.7）滴定至溶液由紫红色变为亮绿色即为终点。

9 分析结果及其表示

9.1 钒含量的计算

按式（2）计算试样中钒含量 ω_V ，以质量分数（%）表示。

$$\omega_V = \frac{c_1 (V_4 - V_0)}{1000 m} \times 50.94 \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c_1 ——硫酸亚铁铵标准溶液的物质的量浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_4 ——滴定试料溶液消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_0 ——空白实验消耗硫酸亚铁铵标准溶液体积，单位为毫升（mL）；

m ——试料量，单位为克（g）；

50.94——钒的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

9.2 分析结果的确定和表示

同一试样两次独立分析结果差值的绝对值不大于重复性限 r ，则取算数平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值得绝对值大于重复性限 r ，则按照附录A的规定追加测定次数并确定分析结果。

分析结果按GB/T 8170 将数值修约至小数点后两位。

10 精密度

本文件的精密度试验数据由 8 个实验室对 4 个不同水平的钒含量进行共同实验确定；每个实验室对每个水平的钒含量按照 GB/T 6379.1 规定的重复性条件下测定 3 次。共同试验数据按 GB/T 6379.2 进行统计分析，函数关系式见表 1，各实验室原始数据参见附录 B。

表 1 精密度

钒的质量分数，%	重复性限， r	再现性限， R
10.00~37.00	$r=0.1234+0.0023m$	$R=0.2128+0.0012m$

11 试验报告

试验报告应包括但不限于下列内容：

- a) 实验室名称和地址；
- b) 试验报告发布日期；
- c) 本文件出版号；
- d) 样品识别必要的详细说明；
- e) 分析结果；
- f) 结果的测定次数；
- g) 测定过程中存在的任何异常特性以及标准中未规定而可能对试样或认证标样的分析结果产生影响的任何操作。

附录 A
(规范性)
试样分析值接受程序流程图

试样分析结果接受程序流程图如 A.1 所示。

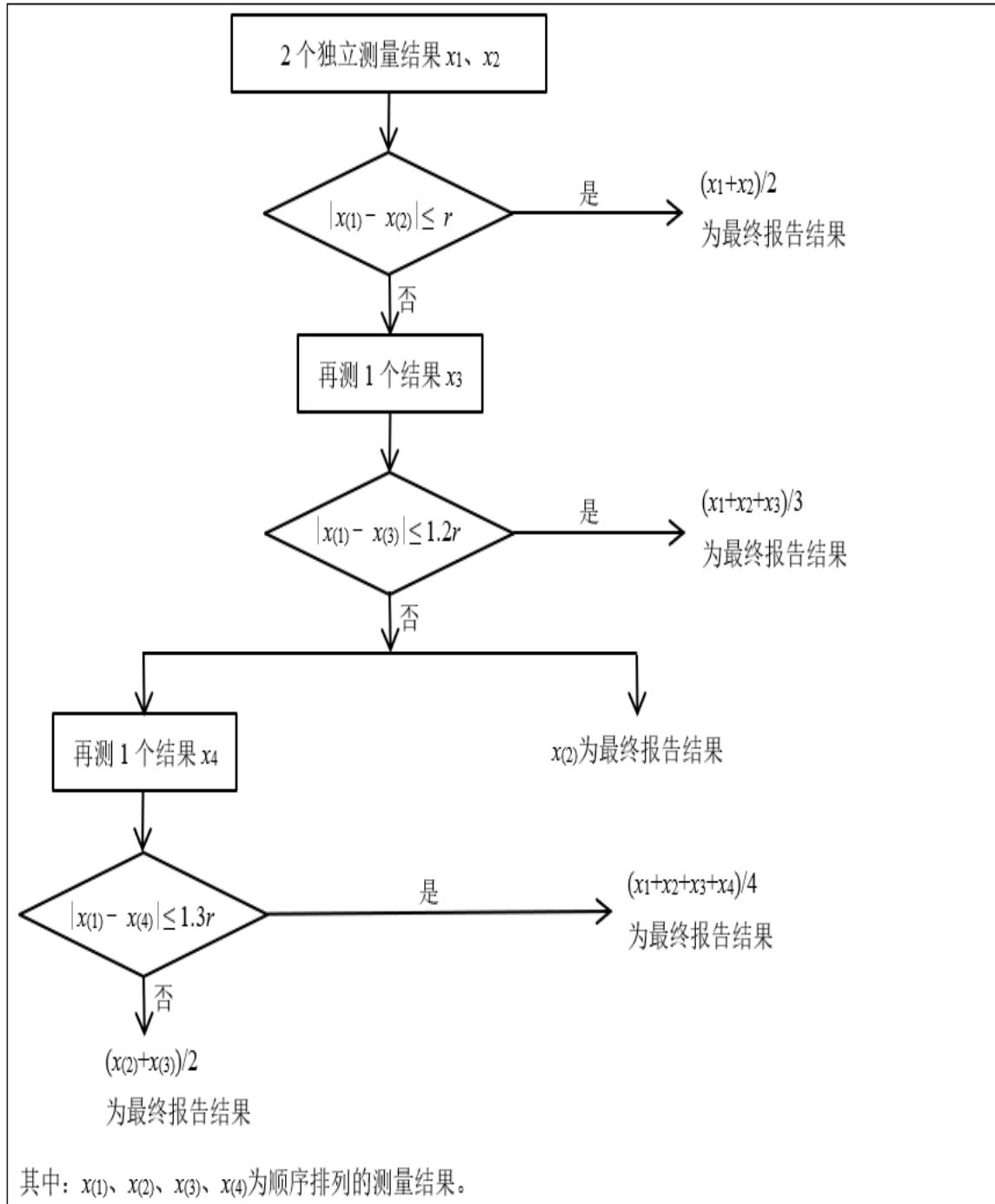


图 A.1 试样分析结果接受程序流程图

附录 B

(资料性)

共同精密度试验原始数据

共同精密度试验原始数据见表B.1。

表B.1 精密度试验原始数据

实验室 i	实验室测钒含量（质量分数）/%			
	水平 1	水平 2	水平 3	水平 4
1	10.344	18.024	26.974	36.456
	10.307	17.962	27.022	36.584
	10.284	17.891	27.103	36.411
2	10.454	17.753	26.947	36.580
	10.438	17.802	26.958	36.650
	10.454	17.768	26.925	36.634
3	10.295	17.906	26.916	36.485
	10.300	18.035	26.822	36.536
	10.240	17.826	26.960	36.690
4	10.258	17.805	26.915	36.600
	10.291	17.750	26.915	36.636
	10.341	17.824	26.876	36.605
5	10.474	17.798	26.874	36.600
	10.300	17.842	26.685	36.492
	10.322	17.834	26.802	36.560
6	10.426	17.852	26.811	36.441
	10.527	17.806	26.872	36.641
	10.446	17.856	26.842	36.511
7	10.326	17.923	26.952	36.582
	10.404	17.778	26.907	36.675
	10.370	17.850	26.871	36.723
8	10.425	17.825	26.825	36.705
	10.288	17.885	26.975	36.582
	10.325	17.945	26.985	36.718

附录 C
(资料性)
起草单位和主要起草人

本文件起草单位：

本文件主要起草人：
