

中华人民共和国国家标准

五氧化二钒化学分析方法
高锰酸钾氧化-硫酸亚铁铵滴定法
测定五氧化二钒量

UDC 661.888.22
:543.062

GB 7315.1-87

Methods for chemical analysis of vanadium pentoxide
The potassium permanganate oxidation-ammonium
ferrous sulfate titrimetric method
for the determination of vanadium
pentoxide content

本标准适用于五氧化二钒中钒量（以五氧化二钒表示）的测定。测定范围：90%以上。

本标准不适用于含铬量大于2 mg的试液中钒量的测定。

本标准遵守GB 1467-78《冶金产品化学分析方法标准的总则及一般规定》。

1 方法提要

试样用酸分解，在硫酸酸度下用高锰酸钾将钒氧化，在尿素存在下，用亚硝酸钠分解过量的高锰酸钾，以n-苯基邻氨基苯甲酸为指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定。

2 试剂

2.1 硫酸 (ρ , 1.84g/ml)。

2.2 磷酸 (ρ , 1.70g/ml)。

2.3 硫酸亚铁铵溶液 (20%)：称取20g硫酸亚铁铵溶解于100ml硫酸 (1+99) 中，混匀，过滤后使用。

2.4 高锰酸钾溶液 (2.5%)。

2.5 尿素溶液 (20%)。

2.6 亚硝酸钠溶液 (1%)。

2.7 n-苯基邻氨基苯甲酸指示剂 (0.2%)：称取0.2g n-苯基邻氨基苯甲酸溶解于100ml碳酸钠溶液 (0.2%) 中，混匀。

2.8 硫酸亚铁铵标准溶液 [$c((\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}) = 0.05\text{mol/L}$]。

2.8.1 配制

称取19.61g硫酸亚铁铵 [$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{FeSO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] 溶解于适量的硫酸 (1+19) 中，移入1000ml容量瓶中，再以硫酸 (1+19) 稀释至刻度，混匀。放置过夜，进行标定。

2.8.2 标定

称取1.0000g预先在105~110℃烘2h并在干燥器中冷却至室温的五氧化二钒（纯度>99.99%）三份，分别置于400ml烧杯中。随同标定做空白试验。以下按4.3.2~4.3.8进行。三份被滴定溶液所消耗的硫酸铵标准溶液体积的极差值不超过0.05ml时，取其平均值，否则，应重新标定。

按公式(1)计算硫酸亚铁铵标准溶液对五氧化二钒的滴定度：