

ICS 77. 100

H 11

YB

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 547. 1—2014

代替 YB/T 547. 1—1995

钒渣 五氧化二钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法

Vanadium slag—Determination of vanadium pentoxide content—Ammonium
ferrous sulfate titrimetric method

2014-05-06 发布

2014-10-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

YB/T 547 共分为 4 部分：

- 第 1 部分：钒渣 五氧化二钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法；
- 第 2 部分：钒渣 二氧化硅含量的测定 高氯酸脱水重量法；
- 第 3 部分：钒渣 氧化钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法和 EDTA 滴定法；
- 第 4 部分：钒渣 磷含量的测定 钼磷钼蓝分光光度法。

本部分为 YB/T 547 的第 1 部分。

本部分代替 YB/T 547.1—1995《钒渣化学分析方法 硫酸亚铁铵滴定法测定五氧化二钒量》。

本部分与 YB/T 547.1—1995 相比较,主要进行了如下修改：

- 将标准名称修改为《钒渣 五氧化二钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法》；
- 增加了警告、规范性引用文件、试验报告等章节及内容；
- 将测定范围由“10.00%~25.00%”修改为“5.00%~25.00%”；
- 增加了碳酸钠-硼酸混合熔剂熔融预处理试样方法；
- 标准滴定溶液标定和空白值测定采用“差减法”校正指示剂影响,替代用五氧化二钒预处理指示剂；
- 钒的氧化修改为直接用固体过硫酸铵。

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/TC318)归口。

本部分起草单位：攀钢集团有限公司、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、张洪、冯宗平、周开著、郑小敏、杨平、郭锦辉、陈自斌。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- YB/T 547—1967；
- YB/T 547.1—1995。

钒渣 五氧化二钒含量的测定 硫酸亚铁铵滴定法

警告: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

本部分规定了硫酸亚铁铵滴定法测定五氧化二钒含量。

本部分适用于钒渣中五氧化二钒含量的测定,测定范围(质量分数):5.00%~25.00%。

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,仅所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 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 单刻度容量瓶

GB/T 12808 实验室玻璃仪器 单刻度吸量管

YB/T 008 钒渣

3 原理

试料用过氧化钠或混合熔剂熔融,硫酸酸化,在锰(II)存在下,用过硫酸铵将钒(IV)氧化至钒(V),过量的过硫酸铵煮沸除去,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五氧化二钒的量。

4 试剂与材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.1 过氧化钠。

4.2 混合熔剂,2份无水碳酸钠和1份硼酸研细后混匀,烘干,备用。

4.3 过硫酸铵。

4.4 磷酸, ρ_1 69g/mL。

4.5 硫酸,1+1。

4.6 乙醇。

4.7 硫酸锰溶液,10g/L。

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

称取 2.4515g 已在 120℃ 电烘箱中干燥至恒重的基准重铬酸钾,置于 300mL 烧杯中,用水溶解,移入 1000mL 容量瓶中,水稀释至刻度,混匀。

4.9 硫酸亚铁铵标准滴定溶液, $c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O] \approx 0.045\text{mol/L}$ 。

4.9.1 配制

称取 17.65g 硫酸亚铁铵 $[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O]$ 溶于 1000mL 硫酸(5+95)中混匀。