

中华人民共和国黑色冶金行业标准

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

YB/T 5328—2006

(GB/T 7315.1—1987 调整)

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2mg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亚铁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: