

前 言

随着钒渣系列产品开发利用,作为原料钒渣的需求量不断增加,原标准 YB 547—67(试行)钒渣化学分析方法五氧化二钒量的测定的精确度和先进性等方面已不能满足对产品质量检验、监督的需要,因此进行了修订。

本标准分析方法用刚玉坩埚过氧化钠分解试样、过硫酸铵氧化-硫酸亚铁铵滴定五氧化二钒量,代替了铁坩埚碳酸钠-过氧化钠混合熔剂溶样、高锰酸钾氧化-硫酸亚铁铵滴定,其优点是试样中二价锰、三价铬离子不被氧化,而一定量的七价锰、六价铬同时被过硫酸铵还原为二价锰、三价铬消除干扰。试样分解适应范围广,操作简便,准确,是较先进的分析方法。

YB/T 547《钒渣化学分析方法》包括 4 个部分,本标准为第 1 部分。

自本标准实施之日起,YB 547—67《钒渣化学分析方法》中五氧化二钒量的测定作废。

本标准由冶金部信息标准研究院提出。

本标准由冶金部信息标准研究院归口。

本标准由锦州铁合金(集团)股份有限公司起草。

本标准主要起草人 狄风桐、王玲、王忠满。

本标准 1997 年 8 月 1 日首次发布。

中华人民共和国黑色冶金行业标准

钒渣化学分析方法
硫酸亚铁铵滴定法测定五氧化二钒量

YB/T 547.1—1995

Methods for chemical analysis of vanadium slag
the ammonium ferrous sulfate titrimetric method
for the determination of vanadium pentoxide content

代替 YB 547—67

1 范围

本标准规定了硫酸亚铁铵滴定法测定钒渣中五氧化二钒量。

本标准适用于钒渣中五氧化二钒量的测定。测定范围:10.00%~25.00%。

2 方法提要

试样用过氧化钠分解、硫酸酸化,在有硫酸锰存在下的硫酸介质中,加入过硫酸铵,加热煮沸将四价钒氧化至五价钒。以苯基邻氨基苯甲酸为指示剂,用硫酸亚铁铵标准溶液进行滴定。试液中含75mg二价锰、50mg三价铬、5mg三价铈、50mg六价铬、30mg七价锰不干扰测定。

3 试剂

3.1 过氧化钠。

3.2 乙醇。

3.3 磷酸(ρ_1 :70g/mL)。

3.4 硫酸(ρ_1 :84g/mL)。

3.5 硫酸(1+1)。

3.6 硫酸锰溶液(10g/L)。

3.7 过硫酸铵溶液(250g/L),当天配制。

3.8 苯基邻氨基苯甲酸溶液。

3.8.1 称取0.2g苯基邻氨基苯甲酸,溶于100mL微热的碳酸钠(2g/L)溶液中,贮于棕色瓶中。

3.8.2 称取20mg五氧化二钒加入45mL硫酸(3.5)、3mL磷酸(3.3)、60mL水,加热溶解后,冷却至室温,加入2.0mL苯基邻氨基苯甲酸溶液(3.8.1),在电磁搅拌下,用硫酸亚铁铵溶液(3.9)进行滴定至亮黄绿色,此时总体积约为150mL。用时现配。

3.9 硫酸亚铁铵溶液: $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 约0.003mol/L

称取1.18g硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 以100~150mL硫酸(5+95)溶解,移入1000mL容量瓶中,并用硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。

3.10 重铬酸钾标准溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$ 为0.05000mol/L

称取2.4515g预先在150℃烘干2h并置于干燥器中冷却至室温的基准重铬酸钾,置于300mL烧杯中,用水溶解,移入1000mL容量瓶中,以水稀释至刻度,混匀。

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

中华人民共和国冶金工业部1995-04-24批准

1995-10-01实施

3.11.1 配制:称取19.70g硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$,溶于适量硫酸(5+95)中,移入1000mL容量瓶,用硫酸(5+95)稀释至刻度,混匀。

3.11.2 标定:移取20.00mL重铬酸钾标准溶液(3.10),置于500mL锥形瓶中,加入10mL硫酸(3.5)、5mL磷酸(3.3)、70mL水,混匀。冷却至室温,加入10mL苯基邻氨基苯甲酸溶液(3.8.2),用硫酸亚铁铵标准溶液(3.11)滴定至黄绿色为终点。

三份重铬酸钾标准溶液所消耗硫酸亚铁铵标准溶液毫升数的极差不超过0.05mL,取其平均值。

按公式(1)计算硫酸亚铁铵标准溶液的浓度:

$$c_1 = \frac{c \times V}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中: c ——重铬酸钾标准溶液的浓度, mol/L;

V ——重铬酸钾标准溶液的体积, mL;

c_1 ——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——标定所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积, mL。

4 试样

4.1 试样的粒度应小于0.125mm。

4.2 试样须预先在105~110℃烘干2h,并置于干燥器中冷却至室温。

5 分析步骤

5.1 试样量

称取0.5000g试样。

5.2 空白试验

随同试样做空白试验。

5.3 测定

5.3.1 将试样(5.1)置于预先盛有3g过氧化钠(3.1)的刚玉坩埚中,混匀,再覆盖2g过氧化钠(3.1),盖上坩埚盖,于高温电炉上加热至熔融物变黑,置于700~750℃高温炉中熔融8~15min,取出冷却。将坩埚及坩埚盖放入盛有80~100mL热水的300mL烧杯中,浸取熔融物。待作用完毕后,加入2mL乙醇(3.2),徐徐加入50mL硫酸(3.5),以水洗净坩埚及坩埚盖,将溶液移入500mL锥形瓶中,加热使体积保持在80~90mL左右,取下冷却。

5.3.2 加入5mL磷酸(3.3),加入5mL硫酸锰溶液(3.6),保持溶液体积100mL左右,加入25mL过硫酸铵溶液(3.7),加热煮沸至冒大气泡后,再煮沸2~3min,取下冷却至室温。

5.3.3 加入10mL苯基邻氨基苯甲酸溶液(3.8.2),用硫酸亚铁铵标准溶液(3.11)滴定至溶液由紫红色变为黄绿色为终点。

6 分析结果的计算

按公式(2)计算五氧化二钒的百分含量:

$$V_2O_5(\%) = \frac{(V_2 - V_0) \times c_1 \times 0.09094}{m} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中: c_1 ——硫酸亚铁铵标准溶液的浓度, mol/L;

V_2 ——滴定试液所消耗的硫酸亚铁铵标准溶液的体积, mL;

V_0 ——随同试样做空白所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积, mL;

m ——试样质量, g;

0.090 94——与 1.00mL 硫酸亚铁铵标准溶液 $c[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}] = 1.000\text{mol/L}$ 相当的五氧化二钒的质量, g。

所测得结果应表示至小数点后第二位。

7 允许差

实验室之间分析结果的差值应不大于表 1 所列允许差。

表 1 允许差

%

五氧化二钒含量	允许差
10.00~15.00	0.25
>15.00~20.00	0.30
>20.00~25.00	0.35