

## 中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 547.1—2014

代替 YB/T547.1-1995

---

### 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 的规则进行起草。

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/T547.1—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/T547.1—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。
- 本部分的附录 A 为规范性附录。
- 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/T547.1—1995；
  - YB/T 547—1967。



## 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， $\rho$  1.69 g/mL。

4.5 硫酸，1+1。

4.6 乙醇。

4.7 硫酸锰溶液，10 g/L。

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

称取 2.451 5 g 已在 120℃ 电烘箱中干燥至恒重的基准重铬酸钾，置于 300 mL 烧杯中，用水溶解，移入 1000 mL 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， $c[(NH_4)_2Fe(SO_4)_2 \cdot 6H_2O] \approx 0.045$  mol/L。

4.9.1 配制

称取 17.65 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 溶于 1000 mL 硫酸(5+95)中混匀。

#### 4.9.2 标定及指示剂的校正

分取 5.00 mL 重铬酸钾标准溶液(4.8)三份,分别置于 500 mL 锥形瓶中,依次加入 20 mL 硫酸(4.5), 5 mL 磷酸(4.4), 水 70 mL, 3 滴 N-苯基邻氨基苯甲酸溶液(4.11), 用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.9)滴定至溶液由玫瑰红色变为亮黄绿色为终点, 不计消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积。再加 20.00 mL (V) 重铬酸钾标准溶液(4.8)后, 用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.9)滴定至溶液由玫瑰红色变为亮黄绿色为终点, 记录消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积  $V_1$ 。

三份重铬酸钾标准溶液所消耗的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, 按式(1)计算硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度:

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

式中:

$c$ ——重铬酸钾标准溶液(4.8)的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

$c_1$ ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);

$V$ ——分取重铬酸钾标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);

$V_1$ ——滴定重铬酸钾标准溶液消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积, 单位为毫升(mL)。

#### 4.10 五氧化二钒标准溶液, 4.0 mg/mL。

称取 4.000 0 g 预先经 110 °C ± 5 °C 烘 2 h 后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 100 mL 硫酸(4.5)加热溶解后, 取下冷却, 加水 200 mL 混匀, 冷却至室温后, 移入 1000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 混匀。

#### 4.11 N-苯基邻氨基苯甲酸溶液, 2 g/L。

称取 0.2 g N-苯基邻氨基苯甲酸及 0.2 g 碳酸钠溶于 100 mL 水中, 混匀。

#### 4.12 石墨粉。

### 5 仪器

分析中, 仅用通常的实验室仪器, 所用的滴定管、容量瓶、吸量管应分别符合 GB/T12805、GB/T12806 和 GB/T12808 要求。

### 6 试样

6.1 分析用试样应按 YB/T 008 进行取样和制备, 试样应通过 0.125 mm 的筛孔。

6.2 分析用试样在 105 °C ± 5 °C 温度下干燥 2 h, 置于干燥器中冷却至室温备用。

### 7 分析步骤

#### 7.1 试料

称取 0.50 g 试样, 准确至 0.1 mg。

#### 7.2 测定次数

同一试样, 至少独立测定 2 次。

注: “独立”是指在同一实验室, 由同一操作员使用相同的设备、按相同的测试方法, 在短时间内对同一被测对象独立进行测试。

#### 7.3 空白值的测定

随同试料进行空白试验的预处理试液, 在加入过硫酸铵前, 加入 20.00 mL 五氧化二钒标准溶液(4.10)后, 按 7.5.2 进行操作, 消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.9)体积为  $V_2$ , 再加 20.00 mL 五

氧化二钒标准溶液(4.10),用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.9)滴定,接近终点时,缓慢滴至溶液由玫瑰红色变为亮黄绿色为终点,消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积为 $V_3$ 。试料分析用试剂空白 $V_0 = V_2 - V_3$ 。

#### 7.4 验证试验

随同试料分析同类型标准样品。

#### 7.5 测定

##### 7.5.1 试料分解

###### 7.5.1.1 过氧化钠熔融酸化法

7.5.1.1.1 将试料(7.1)置于预先盛有3g过氧化钠(4.1)的刚玉坩埚中,混匀,再覆盖2g过氧化钠(4.1),置于500℃高温炉中烧结10min,然后升温至700℃熔融10min~15min,取出冷却。将坩埚放入盛有80mL~100mL热水的300mL烧杯中,浸取熔融物。

7.5.1.1.2 以水和少量硫酸(4.5)洗净坩埚,加入2mL乙醇(4.6),徐徐加入60mL硫酸(4.5),将试液移入500mL锥形瓶中,加入5mL磷酸(4.4),5mL硫酸锰溶液(4.7),加热使试液体积保持在100mL左右,取下。

###### 7.5.1.2 混合熔剂熔融酸化法

7.5.1.2.1 将试料(7.1)倒入混合熔剂袋中,将试料与熔剂混匀,叠成锥体包紧,放入石墨垫底瓷坩埚中。移入高温炉,打开炉门灰化滤纸,灰化完后,关闭炉门,将炉温升至950℃±10℃熔融15min~25min,取出瓷坩埚,稍冷。用镊子将熔块取出,清除熔块表面的石墨粉。

注1:混合熔剂袋:将半张滤纸折成锥形袋,放于30mL的瓷坩埚中,向每个袋中加入4g~5g混合熔剂(4.2)。

注2:石墨垫底瓷坩埚:将50mL瓷坩埚盛满石墨粉(4.12),移入高温炉,关闭炉门,再在850℃±10℃灼烧1h,用合适尺寸的圆球棒磨或容量瓶边压实边加石墨粉,直至离瓷坩埚上口10mm左右,且全部覆盖瓷坩埚上口内表面,石墨粉表面光滑,无脱落。再次使用时,将表面石墨粉除去,重新取2g经850℃±10℃处理过的石墨粉(4.12)于瓷坩埚中,用合适尺寸的圆球棒磨或容量瓶压实成凹形直至表面光滑。

7.5.1.2.2 将熔块置于预先盛有80mL水、50mL硫酸(4.5)、5mL磷酸(4.4)、5mL硫酸锰溶液(4.7)的500mL锥形瓶中加热浸取至试料溶解,继续煮沸至体积约120mL,取下。

##### 7.5.2 钒的氧化及滴定

向7.5.1.1或7.5.1.2预处理的试液中加4g~5g过硫酸铵(4.3),加热煮沸至冒大气泡后,煮沸2min~3min,取下用水冲洗瓶内壁,再煮沸2min~3min,取下冷却至室温。加3滴N-苯基邻氨基苯甲酸溶液(4.11),用硫酸亚铁铵标准滴定溶液(4.9)滴定,接近终点时,缓慢滴至溶液由玫瑰红色变为亮黄绿色为终点,消耗的硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积为 $V_4$ 。

## 8 结果计算

### 8.1 五氧化二钒含量的计算

按式(2)计算试样中五氧化二钒含量 $W_{V_2O_5}$ (质量分数),数值以%表示:

$$W_{V_2O_5} = \frac{c_1(V_4 - V_0) \times 181.88}{m \times 2000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

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);

$V_4$ ——滴定试料溶液所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$ ——滴定空白试验溶液所消耗硫酸亚铁铵标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$ ——试料量，单位为克（g）；

181.88——五氧化二钒摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

## 8.2 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如不大于表 1 规定的试验室内允许差，则取其算术平均值作为分析结果。如果两次独立分析结果差值大于表 1 规定的试验室内允许差，则按附录 A 的规定追加测量次数并确定分析结果。

分析结果按 GB/T 8170 修约，表示至小数后两位数字。

## 9 允许差

分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表1 允许差 %（质量分数）

含量范围	允许差	
	试验室内允许差	试验室间允许差
5.00~15.00	0.20	0.25
>15.00~20.00	0.25	0.30
>20.00~25.00	0.30	0.35

## 10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 鉴别试料、实验室和分析日期等资料；
- 遵守本标准规定的程度；
- 分析结果及其表示；
- 测定中观察到的异常现象；
- 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作，或者任选的操作。



附录 A  
(规范性附录)  
试样分析结果接受程序流程图

