

# YB

## 中华人民共和国黑色冶金行业标准

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

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

1995-04-24 发布

1995-10-01 实施

---

中华人民共和国冶金工业部 发布

# 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 1967 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

代替 YB 547—67

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

### 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，加热煮沸将五价钒氧化至三价钒。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 75 mg 二价锰、50 mg 三价铬、5 mg 三价铈、50 mg 六价铬、30 mg 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( $\rho$ 1.70 g/mL)。

3.4 硫酸( $\rho$ 1.84 g/mL)。

3.5 硫酸(1+1)。

3.6 硫酸锰溶液(10 g/L)。

3.7 过硫酸铵溶液(250 g/L)，当天配制。

3.8 苯基邻氨基苯甲酸溶液。

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

3.8.2 称取 20 mg 五氧化二钒加入 45 mL 硫酸(3.5)、3 mL 磷酸(3.3)、60 mL 水，加热溶解后，冷却至室温，加入 2.0 mL 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 150 mL。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 0.003 mol/L

称取 1.18 g 硫酸亚铁铵 $[(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ 以 100~150 mL 硫酸(5+95)溶解，移入 1 000 mL 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 0.050 00 mol/L

称取 2.451 5 g 预先在 150℃ 烘干 2 h 并置于干燥器中冷却至室温的基准重铬酸钾，置于 300 mL 烧杯中，用水溶解，移入 1 000 mL 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 0.05 mol/L。

中华人民共和国冶金工业部 1995-04-24 批准

1995-10-01 实施