

ICS 71.040.30

G 62

备案号:13238—2004

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3445—2003

代替 HG/T 3445—1976

化 学 试 剂 偏 钒 酸 铵

Chemical reagent
Ammonium metavanadate

2004-01-09 发布

2004-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准给出分析纯、化学纯二个级别。

本标准代替 HG/T 3445—1976。

本标准与 HG/T 3445—1976 相比主要变化如下：

- 含量测定由高锰酸钾标准滴定溶液进行滴定，改为用硫酸亚铁铵标准滴定溶液进行滴定，以苯基邻氨基苯甲酸为指示剂。
- 将项目名称“氨水溶解试验”改为“澄清度试验”。
- 硫酸盐测定由保温法改为通用方法。
- 取消了碳酸盐一项。
- 铁测定由化学分析法改为火焰原子吸收光谱法。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化学试剂分会归口。

本标准起草单位：北京化学试剂研究所、沈阳化学试剂厂。

本标准主要起草人：郝玉林、王素芳、杨玉华、鞠天宝、黄玉娟。

本标准于 1962 年首次发布，于 1976 年第一次修订。

化学试剂

偏钒酸铵

分子式： NH_4VO_3

相对分子质量：116.98(根据 1997 年国际相对原子质量)

1 范围

本标准规定了化学试剂偏钒酸铵的规格、试验方法、检验规则和包装及标志。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 619 化学试剂 采样及验收规则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(neq ISO 3696 : 1987)

GB/T 9723—1988 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 9728 化学试剂 硫酸盐测定通用方法(eqv ISO 6353-1 : 1982)

GB 15346 化学试剂 包装及标志

HG/T 3484 化学试剂 澄清度标准的制备及测定方法(玻璃乳浊液法)

3 性状

本试剂为白色结晶粉末，微溶于冷水，溶于热水及稀氨水中。

4 规格

化学试剂偏钒酸铵应符合表 1 的规格。

表 1

项 目	分 析 纯	化 学 纯
含量(NH_4VO_3), %	≥ 99.0	98.0
澄清度试验	合格	合格
氯化物(Cl), %	≤ 0.005	0.05
硫酸盐(SO_4), %	≤ 0.01	0.02
铁(Fe), %	≤ 0.005	0.01

注：表中“%”指质量分数。

5 试验方法

本章中除另有规定外，所用标准滴定溶液、标准溶液、制剂及制品，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备，实验用水应符合 GB/T 6682 中三级水规格，样品称量均精确至 0.01 g。

5.1 含量

称取 0.4 g 样品(精确至 0.000 1 g)。溶于 50 mL 热水中,缓缓加入 15 mL 硫酸,冷却,加 1 g/L 苯基邻氨基苯甲酸-乙醇溶液 4 滴,用硫酸亚铁铵标准滴定溶液 $[c(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 = 0.1 \text{ mol/L}]$ 滴定至溶液由紫红色变为亮绿色。

偏钒酸铵的质量分数 W ,数值以“%”表示,按式(1)计算:

$$W = \frac{VcM}{m \times 1000} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中:

V ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液体积的准确数值,单位为毫升(mL);

c ——硫酸亚铁铵标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——偏钒酸铵摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol) $[M(\text{NH}_4\text{VO}_3) = 117.0]$;

m ——样品质量的准确数值,单位为克(g)。

5.2 澄清度试验

称取 2 g 样品,溶于 100 mL 热水中,加 6 mL 氨水。其浊度不得大于 HG/T 3484 中规定的下列澄清度标准。

分析纯.....3 号;

化学纯.....5 号。

5.3 氯化物

5.3.1 样品溶液的制备

称取 0.5 g 样品,溶于 50 mL 热水中。

5.3.2 测定

取 20 mL(化学纯取 10 mL)样品溶液,加 25%硝酸溶液 4 mL 及 17 g/L 硝酸银溶液 1 mL,摇匀,放置 10 min。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取 10 mL(化学纯取 5 mL)样品溶液及含下列数量的氯化物标准溶液:

分析纯.....0.010 mg Cl;

化学纯.....0.025 mg Cl。

稀释至 20 mL,与同体积样品溶液同时同样处理。

5.4 硫酸盐

5.4.1 不含硫酸盐的偏钒酸铵溶液的制备

称取 1 g 样品,溶于 90 mL 热水中,加 20%盐酸溶液 2.5 mL 及 2 g 氯化羟胺,于 60℃保温 5 min(必要时过滤),加 250 g/L 氯化钡溶液 5 mL,摇匀,放置 12 h~18 h,过滤。

5.4.2 测定

称取 0.5 g 样品,溶于 50 mL 热水中,取 20 mL,加 20%盐酸溶液 0.5 mL 及 0.4 g 氯化羟胺,于约 60℃保温 5 min,冷却后,按 GB/T 9728 的规定测定。溶液所呈浊度不得大于标准比浊溶液。

标准比浊溶液的制备是取 20 mL 不含硫酸盐的偏钒酸铵溶液及含下列数量的硫酸盐标准溶液:

分析纯.....0.02 mg SO_4 ;

化学纯.....0.04 mg SO_4 。

与冷却后的试液同时同样处理。

5.5 铁

按 GB/T 9723—1988 的规定测定。

5.5.1 仪器条件

光源:铁空心阴极灯。

波长:248.3 nm。

火焰:乙炔-空气。

5.5.2 测定

称取 2 g 样品,共四份,分别溶于适量热水中,冷却,加 20%盐酸溶液 4 mL 及 4 g 氯化羟胺,于约 60℃保温 5 min,其中一份不加标准溶液,另三份分别加入成比例的标准溶液,稀释至 100 mL。按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

6 检验规则

按 GB/T 619 的规定进行采样及验收。

7 包装及标志

按 GB 15346 的规定进行包装、贮存与运输,并给出标志。

包装单位:第 4 类。

内包装形式:NB-4、NB-5、NB-7、NB-8、NB-10、NB-11、NB-13、NB-15。

隔离材料:GC-2、GC-3、GC-4。

外包装形式:WB-1。

标志应注明“毒害品”。
