ICS 71.040.30
G 62
备案号:13252—2004

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 3485—2003
代替 HG/T 3485—1979

化学试剂
五氧化二钒

Chemical reagent
Vanadium pentoxide

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

本标准给出优级纯、分析纯、化学纯三个级别。

本标准代替 HG/T 3485—1979。

本标准与 HG/T 3485—1979 相比主要变化如下：

——含量测定的称样量由“0.25g”调整为“0.3g”。

——硫酸盐测定由乙醇法改为通用方法。

——将项目名称“铵盐”改为“铵”。

——取消了铁测定的化学分析法，保留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 1979 年首次发布。

化学试剂
五氧化二钒

分子式：V_2O_5

相对分子质量：181.88（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五氧化二钒的规格、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

3 性状

本试剂为黄棕色或砖红色粉末，微溶于水，易溶于碱，溶于热浓酸中。

4 规格

化学试剂五氧化二钒应符合表1的规格。

表1

项目		优级纯	分析纯	化学纯
含量（V_2O_5），%	≥	99.5	99.0	99.0
盐酸不溶物及硅酸盐，%	≤	0.1	0.2	0.3
灼烧失量，%	≤	0.10	0.15	0.25
氯化物（Cl），%	≤	0.005	0.01	0.02
硫酸盐（SO_4），%	≤	0.01	0.02	0.04
铵（NH_4），%	≤	0.02	0.05	0.1
钠（Na），%	≤	0.02	0.04	0.1
铁（Fe），%	≤	0.01	0.02	0.03
重金属（以Pb计），%	≤	0.002	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 0.3 g 样品(精确至 0.000 1 g)。加 50 mL 水，缓缓加入 10 mL 硫酸，加热溶解，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[$c(NH)_4Fe(SO_4)_2=0.1$ mol/L]滴定至溶液由紫红色变为亮绿色。

五氧化二钒的质量分数 W_1，数值以“%”表示，按式(1)计算：

$$W_1=\frac{VcM}{m\times 1\ 000}\times 100 \quad \cdots\cdots (1)$$

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——五氧化二钒摩尔质量的数值，单位为克每摩尔(g/mol)[$M(1/2V_2O_5)=90.94$]；

m——样品质量的准确数值，单位为克(g)。

5.2 盐酸不溶物及硅酸盐

称取 3 g 样品，加 20 mL 盐酸及 1 g 氯化羟胺，加热溶解，在水浴上蒸干。冷却，加 10mL 盐酸、1 g 氯化羟胺及 100 mL 水，加热至沸，用无灰滤纸过滤，以 10%热的盐酸溶液洗涤滤渣至洗液无色。将滤渣置于已在 800℃±50℃的高温炉中灼烧至恒量的坩埚中，缓缓加热炭化，于 800℃±50℃的高温炉中灼烧至恒量。残渣质量不得大于：

优级纯……3 mg；

分析纯……6 mg；

化学纯……9 mg。

5.3 灼烧失量

称取 2 g 样品(精确至 0.000 1 g)。置于已在 400℃±50℃的高温炉中灼烧至恒量的坩埚中，于 400℃±50℃的高温炉中灼烧至恒量。

灼烧失量的质量分数 W_2，数值以“%”表示，按式(2)计算：

$$W_2=\frac{m_2-m_1}{m}\times 100 \quad \cdots\cdots (2)$$

式中：

m_2——恒量后残渣与坩埚质量的准确数值，单位为克(g)；

m_1——恒量的坩埚质量的准确数值，单位为克(g)；

m——样品质量的准确数值，单位为克(g)。

5.4 氯化物

5.4.1 溶液Ⅰ的制备

称取 1 g 样品，加 100 g/L 氢氧化钠溶液 15 mL，加热溶解，加 25 mL 水及 10 mL 乙酸(冰醋酸)，水浴加热，搅拌(必要时补充水)，至溶液无色(1 h～2 h)，冷却，过滤，洗涤，稀释至 100 mL。

5.4.2 测定

量取 20 mL 溶液Ⅰ，加 25%硝酸溶液 2 mL 及 17 g/L 硝酸银溶液 1 mL，稀释至 25 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含下列数量的氯化物标准溶液：

优级纯……0.01 mg Cl；

分析纯……0.02 mg Cl；

化学纯……0.04 mg Cl。

稀释至 20 mL，与同体积溶液Ⅰ同时同样处理。

5.5 硫酸盐

量取 10 mL 溶液Ⅰ，加 20%盐酸溶液 0.5 mL 酸化后，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含下列数量的硫酸盐标准溶液：

优级纯……0.01 mg SO_4；

分析纯……0.02 mg SO_4；

化学纯……0.04 mg SO_4。

稀释至 10 mL，与同体积溶液Ⅰ同时同样处理。

5.6 铵

称取 0.5 g 样品，置于支管蒸馏瓶中，加 80 mL 无氨的水，沿壁加入 100 g/L 无氨的氢氧化钠溶液 20 mL，加热蒸馏出 50 mL 液体，用盛有 0.5%硫酸溶液 5 mL 的 100 mL 比色管收集，稀释至 100 mL。取 10 mL，加 320 g/L 氢氧化钠溶液 3 mL 及 2 mL 纳氏试剂，稀释至 50 mL，摇匀。溶液所呈黄色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取含下列数量的铵盐标准溶液：

优级纯……0.010 mg NH_4；

分析纯……0.025 mg NH_4；

化学纯……0.050 mg NH_4。

稀释至 10 mL，与同体积试液同时同样处理。

5.7 钠

按 GB/T 9723—1988 的规定测定。

5.7.1 仪器条件

光源：钠空心阴极灯。

波长：589.0 nm。

火焰：乙炔-空气。

5.7.2 测定

称取 1 g 样品，加 5 mL 盐酸及 0.5 g 氯化羟胺，加热溶解，冷却，稀释至 100 mL，取 10 mL(化学纯取 4 mL)，共四份，按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.8 铁

按 GB/T 9723—1988 的规定测定。

5.8.1 仪器条件

光源：铁空心阴极灯。

波长：248.3 nm。

火焰：乙炔-空气。

5.8.2 测定

称取 5g 样品，加 25 mL 盐酸及 3 g 氯化羟胺，加热溶解，冷却，稀释至 100 mL，取 20 mL(化学纯取 10 mL)，共四份，按 GB/T 9723—1988 中 6.2.2 的规定测定。

5.9 重金属

称取 0.7 g 样品，加 100 g/L 氢氧化钠溶液 25 mL，加热溶解，冷却，加 300 g/L 酒石酸溶液 4 mL，冷却，加 50 g/L 新制备的硫化钠溶液 2 mL，放置 10 min。溶液所呈暗色不得深于标准比色溶液。

标准比色溶液的制备是取 0.2 g 样品及含下列数量的铅标准溶液：

优级纯……0.010 mg Pb；

分析纯……0.025 mg Pb；

化学纯……0.050 mg Pb。

与样品同时同样处理。

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 2、3 类。

内包装形式：NB-4、NBY-4、NB-5、NBY-5。

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”。