

НИФТР и СТ КЫРГЫЗСТАНДАРТ

**РАБОЧИЙ
ЭКЗЕМПЛЯР**



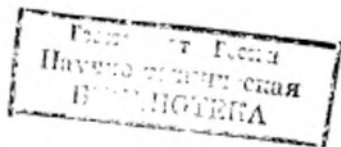
**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР**

ФЕРРОВАНАДИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ

**ГОСТ 13217.1—90
(ИСО 6467—80)**

Издание официальное



**ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва**

БЗ 10—95

ФЕРРОВАНАДИЙ

Метод определения ванадия

Ferrovanadium.
Method for determination of vanadiumГОСТ
13217.1—90
(ИСО 6467—80)

ОКСТУ 0809

Дата введения 01.07.91

Настоящий стандарт устанавливает потенциметрический метод определения ванадия в феррованадии при массовой доле его от 30 до 85 %.

Метод основан на окислении четырехвалентного ванадия до пятивалентного перманганатом калия с последующим титрованием пятиявалентного ванадия раствором соли Мора.

Допускается проводить определение ванадия по методике международного стандарта ИСО 6467—80, приведенного в приложении.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 28473.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде порошка с размером частиц 0,16 мм по ГОСТ 26201.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка для потенциметрического титрования с индикаторным платиновым и сравнительным вольфрамовым, хлорсеребряным или каломельным электродами.

Мешалка магнитная или механическая.

Издание официальное

Перепечатка воспрещена

★

© Издательство стандартов, 1990
© ИПК Издательство стандартов, 1997
Переиздание с изменениями

С. 2 ГОСТ 13217.1—90

Кислота азотная по ГОСТ 4461.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 1:1, 1:2, 1:4 и 1:20

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490, раствор с массовой концентрацией 20 г/дм³.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм³. **

Карбамид по ГОСТ 6691 или раствор с массовой концентрацией 100 г/дм³, свежеприготовленный.

Вода бидистиллированная.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, раствор с $(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)=0,1$ моль/дм³: 4,9032 г при необходимости перекристаллизованного и просушенного до постоянной массы при температуре 180 °С двуххромовокислого калия растворяют в 150 см³ бидистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки той же водой и перемешивают.

1 см³ раствора соответствует 0,0050942 г ванадия.

Соль закиси железа и аммония двойная серноокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208, раствор с $(FeSO_4 \cdot (NH)_2SO_4 \cdot 6H_2O)=0,1$ моль/дм³: 39,3 г соли Мора растворяют в 500 см³ раствора серной кислоты 1:20. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора соли Мора устанавливают по раствору двуххромовокислого калия. Для этого в стакан вместимостью 400 см³ вводят 25,0 см³ раствора двуххромовокислого калия, затем прибавляют 200 см³ воды, 30 см³ раствора серной кислоты 1:1, 8 см³ ортофосфорной кислоты и титруют раствором соли Мора до максимального изменения потенциала электрода.

Массовую концентрацию раствора соли Мора (c), выраженную в граммах на кубический сантиметр ванадия, вычисляют по формуле

$$c = \frac{c_1 \cdot V}{V_1}, \quad (1)$$

где c_1 — массовая концентрация раствора двухромовокислого калия, выраженная в г/см³ ванадия;

V — объем раствора двухромовокислого калия, взятый для титрования, см³;

V_1 — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование раствора двухромовокислого калия, см³.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

••

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

Навеску массой 0,25 г помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, приливают 25 см³ раствора серной кислоты 1:4 и нагревают до растворения, затем приливают 2—3 см³ азотной кислоты и выпаривают содержимое стакана до выделения паров серной кислоты. После охлаждения соли растворяют при нагревании в 50 см³ воды.

Растворение навески с массовой долей кремния св. 2 % проводят в платиновой или стеклотуглеродистой чашке с добавлением 3—5 см³ фтористоводородной кислоты. После выпаривания до паров серной кислоты содержимое чашки охлаждают, перерастворяют соли в 30—40 см³ воды при нагревании и переносят раствор в стакан вместимостью 250—300 см³.

После охлаждения в стакан с раствором погружают электроды и включают мешалку. Затем вводят в раствор по каплям раствор перманганата калия до появления розового окрашивания, не исчезающего в течение 1 мин. Избыток перманганата калия восстанавливают раствором нитрита натрия, добавляя его по каплям до исчезновения розовой окраски перманганата калия.

После этого вносят 2 г мочевины или 20 см³ раствора мочевины, через 1 мин приливают 10 см³ ортофосфорной кислоты, 50 см³ раствора серной кислоты 1:2 и по достижении постоянного потенциала (проверяют по амперметру) титруют ванадий потенциометрически раствором соли Мора до максимального изменения потенциала электрода.