



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ  
СОЮЗА ССР

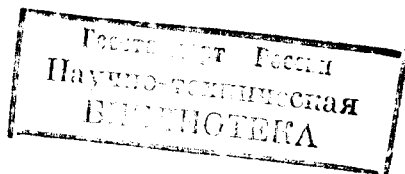
---

# ФЕРРОВАНДИЙ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ

ГОСТ 13217.1—90  
(ИСО 6467—80)

Издание официальное



БЗ 10—95

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ  
Москва

**ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР****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 пятивалентного 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/дм<sup>3</sup>.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197, раствор с массовой концентрацией 10 г/дм<sup>3</sup>.      ••

Карбамид по ГОСТ 6691 или раствор с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>, свежеприготовленный.

Вода бидистиллированная.

Калий двуххромовокислый по ГОСТ 4220, раствор с  $(\frac{1}{6}K_2Cr_2O_7)=0,1$  моль/дм<sup>3</sup>: 4,9032 г при необходимости перекристаллизованного и просушенного до постоянной массы при температуре 180 °С двуххромовокислого калия растворяют в 150 см<sup>3</sup> бидистиллированной воды, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки той же водой и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> 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/дм<sup>3</sup>: 39,3 г соли Мора растворяют в 500 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1:20. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора соли Мора устанавливают по раствору двуххромовокислого калия. Для этого в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup> вводят 25,0 см<sup>3</sup> раствора двуххромовокислого калия, затем прибавляют 200 см<sup>3</sup> воды, 30 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1:1, 8 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и титруют раствором соли Мора до максимального изменения потенциала электрода.

Массовую концентрацию раствора соли Мора (с), 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 двуххромовокислого калия, выраженная в г/см<sup>3</sup> ванадия;

$V$  — объем раствора двуххромовокислого калия, взятый для титрования, см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование раствора двуххромовокислого калия, см<sup>3</sup>.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

### 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

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

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

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 см<sup>3</sup> раствора мочевины, через 1 мин приливают 10 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты, 50 см<sup>3</sup> раствора серной кислоты 1:2 и по достижении постоянного потенциала (проверяют по амперметру) титруют ванадий потенциметрически раствором соли Мора до максимального изменения потенциала электрода.

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

4.1. Массовую долю ванадия ( $X$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{c(V_2 - V_3)}{m} \cdot 100, \quad (2)$$

где  $c$  — массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см<sup>3</sup> ванадия;

$V_2$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование раствора пробы, см<sup>3</sup>;

$V_3$  — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование раствора контрольного опыта, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли ванадия приведены в таблице.

Массовая доля ванадия, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемые расхождения, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 30 до 50 включ.	0,3	0,4	0,3	0,4	0,2
Св. 50 » 85 »	0,4	0,5	0,4	0,5	0,3

**ИСО 6467—80**  
**ФЕРРОВАНАДИЙ. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВАНАДИЯ.**  
**ПОТЕНЦИОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД**

**1. Назначение и область применения**

Настоящий международный стандарт устанавливает потенциометрический метод определения содержания ванадия в феррованадии.

Метод применим к сплавам с содержанием ванадия меньше или равным 84 %.

**2. Ссылка**

ГОСТ 17260—87 «Ферросплавы, хром и марганец металлические. Общие требования к отбору и подготовке проб для химического анализа.

**3. Сущность**

Растворение навески в азотной и серной кислотах. Холодное окисление ванадия (IV) до ванадия (V) перманганатом калия с небольшим избытком. Разложение избытка перманганата калия нитритом калия; избыток нитрита калия разложить мочевиной. Восстановление ванадия (V) до ванадия (IV) железом (II) методом потенциометрического титрования.

**4. Реактивы**

В ходе анализа используют реактивы признанного аналитического качества и воду дистиллированную или эквивалентной чистоты.

4.1. Мочевина.

4.2. Кислота азотная,  $\rho$  1,3—1,42 г/см<sup>3</sup>.

4.3. Кислота фосфорная.

4.4. Кислота серная, 50 %-ный раствор, нейтрализованная по отношению к марганцовокислому калию добавлением этого реактива с небольшим избытком: к 400 см<sup>3</sup> воды осторожно приливают 500 см<sup>3</sup> серной кислоты ( $\rho \approx 1,84$  г/см<sup>3</sup>), перемешивают, охлаждают, доливают водой до объема 1 дм<sup>3</sup> и вновь перемешивают.

4.5. Калий азотистокислый, водный раствор 10 г/см<sup>3</sup>: растворяют 10 г азотистокислого калия в воде, доливают водой до объема 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

## С. 6 ГОСТ 13217.1—90

4.6. Калий марганцовокислый, водный раствор 6,3 г/см<sup>3</sup>: растворяют в воде 6,3 г марганцовокислого калия, доливают водой до объема 1 дм<sup>3</sup> и перемешивают.

4.7. Калия бихромат, эталонный раствор, с (K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>)=0,2 моль/дм<sup>3</sup>: взвешивают с погрешностью до 0,0005 г 9,8064 г бихромата калия, предварительно высушенного в сушильном шкафу при 105 °С. Растворяют водой в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, доливают до метки и перемешивают.

4.8. Сульфат железа (II) и аммония, титрованный раствор с (FeSO<sub>4</sub>(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)=0,2 моль/дм<sup>3</sup>.

### 4.8.1. Приготовление

В мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup> растворяют 78,4 г сульфата железа (II) и аммония (FeSO<sub>4</sub>(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> · 6H<sub>2</sub>O) в 500 см<sup>3</sup> теплой воды.

Когда растворение закончится, приливают 100 см<sup>3</sup> серной кислоты, охлаждают и доливают до метки, затем перемешивают.

### 4.8.2. Эталонирование

В химический стакан вместимостью 600 см<sup>3</sup>, содержащий 280 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> серной кислоты и 10 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты, вводят бюреткой 40 см<sup>3</sup> бихромата калия. Титруют раствором сульфата железа (II) и аммония под потенциометрическим контролем. Конец реакции наступает, когда наблюдается максимальное падение потенциала около 100 мВ.

Поправочный коэффициент  $C$  получают из выражения  $C = \frac{40}{V_1}$ , где  $V_1$  — объем раствора сульфата железа (II) и аммония, использованный для опыта, см<sup>3</sup>.

Концентрация этого раствора сульфата железа (II) и аммония меняется, ее проверяют перед каждой серией определений.

## 5. Оборудование

5.1. Химический стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>.

5.2. Потенциометр для точных измерений.

5.2.1. Электроды

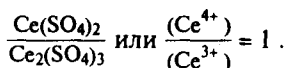
Индикаторный электрод: платиновый электрод.

Электрод с известным потенциалом: электрод Hg/Hg<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/K<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (насыщенный).

5.2.2. Контроль системы измерения

В период бездействия электрод с известным потенциалом погружают в насыщенный раствор сульфата калия.

Платиновый электрод периодически проверяют в стабильном окислительно-восстановительном буферном растворе. Например, можно использовать эквивалентный раствор солей церия (III) и церия (IV):



Буферный раствор готовят, растворяя в дистиллированной воде 0,330 г  $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$  и 0,280 г  $\text{Ce}_2(\text{SO}_4)_3$ . Приливают серной кислоты так, чтобы после помещения ее в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup> получить кислотность, соответствующую кислотности молярного раствора серной кислоты. Реакция платинового электрода действительна, если при соединении его с электродом с известным потенциалом на милливольтметре получают значение 710—740 мВ.

### 5.3. Магнитная мешалка.

## 6. Проба

Используют порошок, проходящий через сито с размером отверстий 2,50 мм, приготовленный в соответствии с ГОСТ 17260.

## 7. Ход анализа

### 7.1. Навеска

Берут навеску массой (0,5±0,0002) г.

### 7.2. Холостой опыт

Проводят холостой опыт параллельно определению, следуя тому же ходу анализа и используя те же реактивы.

### 7.3. Контрольный опыт

Надежность выполнения методики проверяют, анализируя параллельно опыту одну или несколько проб с известным содержанием ванадия.

### 7.4. Определение

7.4.1. В химическом стакане вместимостью 400 см<sup>3</sup> растворяют навеску, приливают 10 см<sup>3</sup> воды, 10 см<sup>3</sup> азотной кислоты и 50 см<sup>3</sup> серной кислоты; выпаривают до выделения обильных белых серных паров, затем дают остыть.

7.4.2. Вновь приливают 100 см<sup>3</sup> воды, осторожно наливая воду на край стакана, доводят до кипения, чтобы растворить соли, дают остыть и разводят водой до объема примерно 200 см<sup>3</sup>.

7.4.3. Помещают химический стакан на магнитную мешалку, погружают электроды и помешивают, добавляют раствор перманганата калия из бюретки вместимостью 50 см<sup>3</sup> до получения максимального потенциала, выдерживают 15 мин (стабилизация потенциала наступает при (700±50) мВ.)

7.4.4. Разлагают избыток перманганата калия раствором азотистокислого калия, добавляя по капле каждые 30 с под потенциометрическим контролем. Прекращают добавку, когда падение потенциала достигнет порядка 200 мВ. Быстро добавляют приблизительно 0,2 г мочевины, затем 10 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты, выдерживают 5 мин для стабилизации потенциала.

7.4.5. Титруют раствором сульфата железа (II) и аммония из бюретки вместимостью 50 см<sup>3</sup>, пока не произойдет максимальное падение потенциала — около 100 мВ.



## С. 8 ГОСТ 13217.1—90

### 8. Обработка результатов

Содержание ванадия, выраженное в процентах массы пробы, вычисляют по формуле

$$T(V_0 - V_2) \cdot C \cdot \frac{100}{m},$$

где  $T$  — постоянная 0,01019, т.е. масса ванадия, эквивалентная 1 см<sup>3</sup> раствора сульфата железа (II) и аммония при концентрации раствора точно 0,2 моль/дм<sup>3</sup>, г;

$V_0$  — объем раствора сульфата железа (II) и аммония, использованный для опыта, см<sup>3</sup>;

$V_2$  — объем, использованный для холостого опыта, см<sup>3</sup>;

$C$  — поправочный коэффициент раствора сульфата железа (II) и аммония;

$m$  — масса навески, г.

### 9. Воспроизводимость

Пределы доверительного интервала при уровне вероятности 95 % составляют  $\pm 0,20$  %.

### 10. Протокол опыта

Протокол должен содержать:

- а) ссылку на использованную методику;
- б) результаты и форму их выражения;
- в) особенности, выявленные в ходе опыта;
- г) операции, не предусмотренные настоящим международным стандартом или рассматриваемые как необязательные.

Приложение. (Введено дополнительно, Изм. № 1).

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством металлургии СССР

## РАЗРАБОТЧИКИ

В.Г. Мизин, Т.А. Перфильева, С.И. Ахманаев, Л.М. Клейнер,  
Г.И. Гусева

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 04.05.90 № 1093

3. ВЗАМЕН ГОСТ 13217.1—79

4. Стандарт полностью соответствует ИСО 6467—80

## 5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, приложение
ГОСТ 4197—74	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4208—72	2
ГОСТ 4220—75	2
ГОСТ 4461—77	2
ГОСТ 6552—80	2
ГОСТ 6691—77	2
ГОСТ 10484—78	2
ГОСТ 17260—87	Приложение (2, 6)
ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 26201—84	1.2
ГОСТ 28473—90	1.1

6. Ограничение срока действия снято по протоколу № 7—95 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—95)

7. ПЕРЕИЗДАНИЕ (декабрь 1996 г.) с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1992 г. (ИУС 8—92)

Редактор *Л. В. Афанасенко*  
Технический редактор *В. Н. Прусакова*  
Корректор *А. В. Прокофьева*  
Компьютерная верстка *С. В. Рябовой*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 21.01.97. Подписано в печать 10.02.97.  
Усл.печ.л. 0,70. Уч.-изд.л. 0,60. Тираж 165 экз. С122. Зак. 107.

---

ИПК Издательство стандартов  
107076, Москва, Колодезный пер., 14.  
Набрано в Издательстве на ПЭВМ  
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник"  
Москва, Лялин пер., 6.