МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОТИТАН

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ

Издание официальное

БЗ 9—98

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.15'295—198 : 546.881.06 : 006.354 Группа В19

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ФЕРРОТИТАН

Методы определения ванадия

Ferrotitanium.
Method for determination of vanadium

ГОСТ 14250.8—80*

Взамен ГОСТ 14250.8—69

ОКСТУ 0809

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 17 марта 1980 г. № 1172 дата введения установлена

с 01.07.80

Ограничение срока действия снято по протоколу № 5—94 Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 11—12—94)

Настоящий стандарт устанавливает титриметрический и атомно-абсорбционный методы определения ванадия (при массовой доле ванадия от 0,05 до 3,5 %) в ферротитане.

Стандарт полностью соответствует СТ СЭВ 4524—84.

(Измененная редакция, Изм. 2).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 28473—90.

1.2. Лабораторная проба должна быть приготовлена в виде тонкого порошка с размером частиц, проходящих через сито с сеткой № 016 по ГОСТ 6613—86.

1а. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

1а.1. Сущность метода

Метод основан на окислении четырехвалентного ванадия до пятивалентного марганцовокислым калием в сернокислой среде.

Избыток марганцовокислого калия восстанавливают нитритом натрия. Ванадий титруют раствором двойной сернокислой соли закиси аммония — железа. Конец титрования фиксируют амперометрически, потенциометрически или наблюдением за изменением окраски с применением индикатора фенилантраниловой кислоты.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Установка любого типа для амперометрического или потенциометрического титрования ванадия.

Мешалка магнитная.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1, 1 : 9.

Кислота фенилантраниловая, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм^3; 0,2 г фенилантраниловой кислоты растворяют в 100 см^3 воды, содержащей 0,2 г углекислого натрия.

Издание официальное ★ **Перепечатка воспрещена**

* *Переиздание (декабрь 1998 г.) с Изменениями № 1, 2, утвержденными в апреле 1985 г., ноябре 1990 г. (ИУС 7—85, 1—91)*

© Издательство стандартов, 1980
© ИПК Издательство стандартов, 1999

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, раствор с массовой концентрацией 300 г/дм^3; свежеприготовленный.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79.

Калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76.

Железо металлическое восстановленное.

Титан электролитический.

Ванадия пятиокись, стандартные растворы А и Б.

Раствор А: 1,7852 г пятиокиси ванадия растворяют в 60 см^3 раствора серной кислоты (1 : 9), приливают 5 см^3 азотной кислоты, раствор кипятят до удаления окислов азота и нагревают до появления паров серной кислоты. Соли растворяют в 40 см^3 воды, нагревают до появления паров серной кислоты, охлаждают и растворяют в 100 см^3 воды при нагревании. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, охлаждают, доливают до метки раствор серной кислоты (1 : 9) и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,001 г ванадия.

Раствор Б: 10 см^3 раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки раствор серной кислоты (1 : 9).

1 см^3 раствора содержит 0,0001 г ванадия.

Соль закиси аммоний — железа двойная сернокислая (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, растворы с концентрацией эквивалента 0,01; 0,025; 0,05 моль/дм^3: 4; 10; 20 г соли Мора соответственно растворяют в 400 см^3 воды, приливают 50 см^3 серной кислоты, охлаждают, разбавляют водой до объема 1000 см^3 и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора соли Мора устанавливают по стандартному раствору ванадия: в три стакана вместимостью 250 см^3 помещают 10—20 см^3 стандартного раствора ванадия (раствор Б). Имитируют химический состав сплава добавлением соответствующего количества железа и электролитического титана и далее поступают, как указано в п. 3.1.

Массовую концентрацию раствора соли Мора (T), выраженную в г/см^3 ванадия, вычисляют по формуле

$$T = \frac{m}{V},$$

где m — масса ванадия во взятом стандартном растворе, г;

V — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см^3.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Титрование ванадия амперометрическим или потенциометрическим способами

Навеску ферротитана массой, указанной в табл. 1, растворяют в зависимости от массовой доли кремния в пробе одним из двух способов.

Таблица 1

Массовая доля ванадия, %	Масса навески, г	Концентрация раствора соли Мора, моль/дм^3
От 0,05 до 0,5	0,5	0,01
Св. 0,5 » 1,0	0,5	0,01; 0,025
» 1,0 » 3,5	0,25	0,025; 0,05

Способ 1. При массовой доле кремния до 5 % навеску ферротитана помещают в стакан вместимостью 250 см^3, приливают 20 см^3 раствора серной кислоты 1 : 1 и растворяют при нагревании. Затем приливают небольшими порциями 5 см^3 азотной кислоты, выпаривают до паров серной кислоты и охлаждают. Стенки стакана обмывают водой и вновь выпаривают до паров серной кислоты.

Способ 2. При массовой доле кремния свыше 5 % навеску ферротитана помещают в платиновую чашку, смачивают водой, приливают 5—10 см^3 раствора фтористоводородной кислоты.

Затем по каплям приливают 5 см³ азотной кислоты и нагревают до полного растворения. К раствору в чашке приливают 20 см³ раствора серной кислоты 1 : 1, выпаривают до паров серной кислоты и охлаждают. Стенки чашки обмывают водой и вновь выпаривают до паров серной кислоты. Охлаждают, приливают 50 см³ воды, нагревают до растворения солей и переносят в стакан вместимостью 250 см³.

Раствор, полученный способом 1 или 2, доводят в стакане водой до 100—120 см³. В стакан с исследуемым раствором погружают электроды, включают мешалку и устанавливают напряжение 0,9 В. Приливают раствор соли Мора с концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм³ до полного восстановления хрома и ванадия. Затем добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 1—2 мин.

Для восстановления избытка марганцовокислого калия добавляют по каплям раствор азотистокислого натрия до обесцвечивания раствора и немедленно приливают 7 см³ раствора мочевины.

Записывают начальное показание стрелки микроамперметра и титруют ванадий из микробюретки раствором соли Мора, концентрацию которого в зависимости от содержания ванадия определяют по табл. 1, прибавляя его небольшими порциями и отмечая показания прибора после каждого прибавления раствора.

По полученным данным строят кривую титрования в координатах: объем раствора соли Мора (ось абсцисс) — сила тока (ось ординат). При амперометрическом титровании точка эквивалентности находится в месте пересечения ветвей кривой титрования. При потенциометрическом титровании точку эквивалентности определяют в момент максимального скачка потенциала.

(Измененная редакция, Изм. № 1, 2).

3.2. Титрование ванадия с применением фенилантраниловой кислоты

Навеску ферротитана массой 2 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, приливают 30 см³ раствора серной кислоты 1 : 1, умеренно нагревают до полного растворения, затем приливают 5 см³ азотной кислоты. Раствор выпаривают до паров серной кислоты и охлаждают. Стенки стакана ополаскивают водой и раствор вновь выпаривают до паров серной кислоты, охлаждают, приливают 70 см³ воды и нагревают до растворения солей. Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности и промывают 8—10 раз горячей водой. Фильтрат сохраняют в конической колбе вместимостью 500 см³ (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при температуре 600—700 °С. После охлаждения осадок в тигле смачивают водой, приливают 3—5 капель раствора серной кислоты 1 : 1, 3—5 см³ раствора фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Остаток в тигле прокаливают при температуре 600—700 °С и сплавляют с 1 г пиросернокислого калия.

Плав растворяют в горячей воде и присоединяют в основному раствору. Раствор в колбе доводят водой до объема 150 см³, охлаждают, прибавляют 10 см³ раствора соли Мора с концентрацией эквивалента 0,05 моль/дм³. Затем для окисления ванадия прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до появления розовой окраски, не исчезающей в течение 1—2 мин.

Для восстановления избытка марганцовокислого калия добавляют по каплям раствор азотистокислого натрия до обесцвечивания раствора и немедленно приливают 7 см³ раствора мочевины. Энергично перемешивают и приливают 20 см³ раствора серной кислоты 1 : 1. Раствор охлаждают, добавляют шесть капель раствора фенилантраниловой кислоты и медленно титруют раствором соли Мора, концентрацию которого в зависимости от массовой доли ванадия определяют по табл. 1, до перехода фиолетовой окраски раствора в желто-зеленую.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{V \cdot T \cdot 100}{m},$$

где V — объем соли Мора, израсходованный на титрование ванадия, см³;

T — массовая концентрация раствора соли Мора, выраженная в г/см³ ванадия;

m — масса навески ферротитана, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерения массовой доли ванадия приведены в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля ванадия, %	Погрешность результатов анализа, %	Допускаемое расхождение, %			
		двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях	двух параллельных определений	трех параллельных определений	результатов анализа стандартного образца от аттестованного значения
От 0,05 до 0,10 включ.	0,013	0,016	0,013	0,016	0,008
Св. 0,1 » 0,2 »	0,02	0,02	0,02	0,02	0,01
» 0,2 » 0,5 »	0,02	0,04	0,03	0,04	0,02
» 0,5 » 1,0 »	0,04	0,05	0,04	0,05	0,03
» 1,0 » 2,0 »	0,06	0,07	0,06	0,07	0,04
» 2,0 » 3,5 »	0,09	0,11	0,09	0,11	0,06

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

5.1 Сущность метода

Метод основан на растворении пробы в смеси соляной и азотной кислот, распылении раствора в пламя закись азота-ацетилен и измерении атомной абсорбции ванадия при длине волны 318,4 нм.

5.2. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр атомно-абсорбционный со всеми принадлежностями.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 и разбавленная 1 : 99.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 и разбавленная 1 : 1.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 и разбавленная 1 : 1.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78.

Калий хлористый по ГОСТ 4234—77 раствор с массовой концентрацией 19 г/дм^3.

Алюминий хлористый по ГОСТ 3759—75, раствор с массовой концентрацией 89 г/дм^3.

Железо треххлористое по ГОСТ 4147—74.

Железо металлическое.

Раствор железа: 12,5 металлического железа или 60,5 г треххлористого железа растворяют в 100 см^3 раствора соляной кислоты, окисляют 4—6 каплями азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,025 г железа.

Титан металлический.

Раствор титана: 12,5 г титана растворяют при нагревании в 250 см^3 раствора соляной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, доливают до метки раствором соляной кислоты и перемешивают.

1 см^3 раствора содержит 0,025 г титана.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75.

Ванадий металлический.

Стандартные растворы ванадия.

Раствор А: 1,0000 г ванадия растворяют в 20 см^3 азотной кислоты. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки раствором азотной кислоты и перемешивают;

или 2,2980 г ванадиевокислого аммония в мерной колбе вместимостью 1 дм^3 растворяют в растворе азотной кислоты, доливают до метки раствором азотной кислоты и перемешивают.

1 см^3 раствора А содержит 0,001 г ванадия.

Раствор Б: 20,0 см^3 раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки раствором азотной кислоты и перемешивают.

1 см^3 раствора Б содержит 0,0002 г ванадия.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

5.3. Проведение анализа

5.3.1. Навеску ферротитана массой 0,5 г растворяют в зависимости от содержания кремния в пробе одним из двух способов.

Способ 1. При массовой доле кремния до 5 % навеску ферротитана помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты и 5 см³ азотной кислоты. После прекращения бурной реакции раствор нагревают до растворения пробы, затем добавляют 10 см³ раствора серной кислоты.

Способ 2. При массовой доле кремния свыше 5 % навеску ферротитана помещают в платиновую чашку, смачивают водой, добавляют 10 см³ раствора фтористоводородной кислоты и небольшими порциями 5 см³ азотной кислоты. После прекращения бурной реакции раствор нагревают до растворения пробы, затем добавляют 10 см³ раствора серной кислоты.

Раствор, полученный способом 1 или 2, выпаривают до паров серной кислоты, выпаривание продолжают еще в течение 5 мин, затем раствор охлаждают, добавляют 50 см³ воды и нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 10 см³ раствора хлористого калия или хлористого алюминия, доливают до метки водой и перемешивают (основной раствор). При необходимости раствор фильтруют через сухой фильтр средней плотности в сухой стакан, отбрасывая первые порции фильтрата.

При массовой доле ванадия свыше 1 % из основного раствора отбирают аликвотную часть 20 см³, переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 8 см³ раствора серной кислоты и 8 см³ раствора хлористого калия или хлористого алюминия, доливают до метки водой и перемешивают.

5.3.2. Для построения градуировочного графика при массовой доле ванадия до 1 % в восемь стаканов вместимостью по 250 см³ наливают по 2 см³ раствора железа и по 2 см³ раствора титана на каждые 10 % их содержания в навеске, добавляют по 5 см³ азотной и по 10 см³ раствора серной кислоты, затем в семь стаканов добавляют 1,0; 3,0; 6,0 см³ раствора Б:, далее 2,0; 3,0; 4,0 и 5,0 см³ раствора А, что соответствует 0,0002; 0,0006; 0,0012; 0,0020, 0,0030; 0,0040 и 0,0050 г ванадия.

При массовой доле ванадия свыше 1 % в шесть стаканов вместимостью по 250 см³ наливают по 0,4 см³ раствора железа и по 0,4 см³ раствора титана на каждые 10 % их содержания в навеске пробы, добавляют по 1 см³ азотной и по 10 см³ раствора серной кислоты, затем в пять стаканов добавляют 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 и 3,0 см³ раствора А, что соответствует 0,0010; 0,0015; 0,0020; 0,0025 и 0,0030 г ванадия.

Все растворы выпаривают до паров серной кислоты, выпаривание продолжают еще в течение 5 мин, затем растворы охлаждают, добавляют по 50 см³ воды и нагревают до растворения солей. После охлаждения растворы переносят в мерные колбы вместимостью по 100 см³, добавляют по 10 см³ раствора хлористого калия или хлористого алюминия, доливают до метки водой и перемешивают.

5.3.3. Атомную абсорбцию ванадия измеряют в растворе пробы контрольного опыта и в растворах для построения градуировочного графика при длине волны 318,4 нм в пламени закись азота-ацетилен.

Градуировочный график строят по результатам, полученным после вычитания значения атомной абсорбции раствора, не содержащего стандартный раствор ванадия, из значений атомных абсорбций растворов, содержащих стандартный раствор, и соответствующим им массовым долям ванадия.

После вычитания значения атомной абсорбции раствора контрольного опыта из значения атомной абсорбции анализируемого раствора находят концентрацию ванадия в растворе пробы по градуировочному графику.

5.4. Обработка результатов

5.4.1. Массовую долю ванадия (V) в процентах вычисляют по формуле

$$V = \frac{C \cdot V}{m} \cdot 100,$$

где C — концентрация ванадия в анализируемом растворе или ее аликвотной части, найденная по градуировочному графику, г/см³;

V — объем анализируемого раствора, см³;

m — масса навески или ее части, соответствующей аликвотной части анализируемого раствора, г.

5.1—5.3, 5.3.1—5.3.3, 5.4, 5.4.1. **(Введены дополнительно, Изм. № 1).**

5.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности измерения массовой доли ванадия приведены в табл. 2.

(Измененная редакция, Изм. № 2).

Редактор *Р.Г. Говердовская*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *Н.Л. Шнайдер*
Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 16.02.99. Подписано в печать 18.03.99. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,73. Тираж 144 экз. С2268. Зак. 238.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru