

**СТАЛЬ УГЛЕРОДИСТАЯ И ЧУГУН  
НЕЛЕГИРОВАННЫЕ**

**Методы определения ванадия**

Carbon steel and unalloyed cast iron.  
Methods for determination of vanadium

**ГОСТ  
22536.12—88**

ОКСТУ 0809

Срок действия с 01.01.90  
до 01.07.95

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический (при массовой доле ванадия от 0,05 до 0,25 %), титриметрический (при массовой доле ванадия 0,02—0,25 %) и кулонометрический (при массовой доле ванадия 0,005—0,25 %) методы определения ванадия.

Экстракционно-фотометрический метод определения ванадия приведен в приложении.

**1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ**

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 22536.0—87.

1.2. Погрешность результата анализа (при доверительной вероятности  $P=0,95$ ) не превышает предела  $\Delta$ , приведенного в табл. 1, при выполнении условий:

расхождение результатов двух (трех) параллельных измерений не должно превышать (при доверительной вероятности  $P=0,95$ ) значения  $d_2$  ( $d_3$ ), приведенного в табл. 1;

воспроизведенное в стандартном образце значение массовой доли ванадия не должно отличаться от аттестованного более чем на допускаемое (при доверительной вероятности  $P=0,85$ ) значение  $\delta$ , приведенное в табл. 1.

При невыполнении одного из вышеуказанных условий проводят повторные измерения массовой доли ванадия. Если и при повторных измерениях требования к точности результатов не выпол-



няются, результаты анализа признают неверными, измерения прекращают до выявления и устранения причины, вызвавших нарушения нормального хода анализа.

Расхождение двух средних результатов анализа, выполненных в различных условиях (например, при внутрिलाбораторном контроле воспроизводимости), не должно превышать (при доверительной вероятности 0,95) значения  $d_k$ , приведенного в табл. 1.

Таблица 1

Массовая доля ванадия, %	$\Delta$ , %	Допускаемые расхождения, %			$t$ , %
		$d_k$	$d_1$	$d_2$	
От 0,005 до 0,01 включ.	0,0024	0,0030	0,0025	0,0031	0,0016
Св. 0,01 > 0,02 >	0,003	0,004	0,003	0,004	0,002
> 0,02 > 0,05 >	0,006	0,007	0,006	0,007	0,004
> 0,05 > 0,10 >	0,010	0,012	0,010	0,012	0,006
> 0,10 > 0,25 >	0,017	0,021	0,017	0,021	0,011

## 2. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

### 2.1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенной в желтый цвет ванадиевофосфоровольфрамовой гетерополикислоты в кислой среде при взаимодействии ванадия (V) с фосфорной кислотой и вольфрамом натрия и измерений оптической плотности окрашенного раствора при  $\lambda=400$  нм.

Мешающее влияние железа устраняют прибавлением ортофосфорной кислоты.

### 2.2. Аппаратура и реактивы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или по ГОСТ 14262—78, разбавленная 1:4.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или по ГОСТ 11125—84.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой концентрацией 40 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор с массовой концентрацией 100 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75.

Натрий вольфрамовокислый 2-водный по ГОСТ 18289—78, раствор с массовой концентрацией 50 г/дм<sup>3</sup>.

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610—79.

Стандартные растворы ванадия.

Раствор А: 2,296 г ванадиевокислого аммония растворяют в

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

## 1. РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством черной металлургии СССР

## ИСПОЛНИТЕЛИ

Д. К. Нестеров, канд. техн. наук; С. И. Рудюк, канд. техн. наук; С. В. Спирина, канд. хим. наук (руководитель темы); В. Ф. Коваленко, канд. техн. наук; Н. Н. Гриценко, канд. техн. наук; Е. В. Подпружникова; Л. И. Березовая

## 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 25.08.88 № 3018

## 3. ВЗАМЕН ГОСТ 22536.12—77

## 4. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, подпункта, приложения
ГОСТ 83—79	3.2	ГОСТ 6691—77	3.2
ГОСТ 3118—77	Приложение	ГОСТ 9336—75	2.2, приложение
ГОСТ 3760—79	2.2, приложение	ГОСТ 11125—84	2.2, 3.2, приложение
ГОСТ 4148—78	3.2		
ГОСТ 4197—74	2.2, 3.2	ГОСТ 13610—79	2.2, приложение
ГОСТ 4204—77	2.2, 3.2, 4.2, приложение	ГОСТ 14261—77	Приложение
		ГОСТ 14262—78	2.2, 3.2, 4.2, приложение
ГОСТ 4205—77	4.2		
ГОСТ 4208—72	3.2, 4.2	ГОСТ 18289—78	2.2
ГОСТ 4461—77	2.2, 3.2, приложение	ГОСТ 20015—75	Приложение
		ГОСТ 20490—75	2.2, 3.2, приложение
ГОСТ 5072—79	4.2		
ГОСТ 6552—80	2.2, 3.2, приложение	ГОСТ 22536.0—87	1.1

100 см<sup>3</sup> воды, добавляют 2—4 капли аммиака, переводят раствор в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, разбавляют водой до метки и перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора А содержит 0,001 г ванадия.

Раствор Б: 10 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доводят до метки водой и тщательно перемешивают.

1 см<sup>3</sup> раствора Б содержит 0,0001 г ванадия.

### 2.3. Проведение анализа

2.3.1. Навеску стали или чугуна массой 0,5 г (при массовой доле ванадия 0,05—0,10 %) или 0,3 г (при массовой доле ванадия 0,10—0,25 %) помещают в коническую колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup> и растворяют в 15 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), при умеренном нагревании.

После полного растворения навески приливают по каплям азотную кислоту до прекращения вспенивания раствора. Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты. Содержимое колбы охлаждают, приливают 30 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей. Если есть осадок (графит, кремниевая кислота), его отфильтровывают и промывают пять-шесть раз горячей водой. Фильтр с осадком отбрасывают, а фильтрат выпаривают до объема 30—50 см<sup>3</sup>. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>.

К охлажденному раствору прибавляют раствор марганцовокислого калия до образования устойчивой окраски. Через 3—5 мин избыток марганцовокислого калия восстанавливают раствором азотистокислого натрия, прибавляя его медленно по одной капле до обесцвечивания раствора при непрерывном перемешивании.

Затем приливают 5 см<sup>3</sup> фосфорной кислоты, нагревают раствор до кипения, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора вольфрамвокислого натрия, выдерживают раствор при 80—90 °С в течение 2—3 мин, охлаждают, доливают до метки водой и перемешивают.

Оптическую плотность раствора измеряют на спектрофотометре при длине волны 400 нм или фотоэлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн 400—450 нм. В качестве раствора сравнения применяют раствор испытуемой пробы, приготовленный без добавления вольфрамвокислого натрия.

Результаты анализа вычисляют по градуировочному графику или методом сравнения со стандартным образцом, близким по составу к анализируемой пробе и проведенным через все стадии анализа.

#### 2.3.2. Построение градуировочного графика

В шесть конических колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> помещают 0,3—0,5 г карбонильного железа в зависимости от навески пробы, в пять из них последовательно приливают стандартный раствор Б в количестве 2,0; 4,0; 5,0; 6,0; 8,0 см<sup>3</sup>, что соответствует 0,0002;

0,0004; 0,0005; 0,0006; 0,0008 г ванадия. Шестая навеска служит для проведения контрольного опыта.

В колбы приливают по 15 см<sup>3</sup> серной кислоты и растворяют железо при умеренном нагревании. Далее анализ проводят, как указано в п. 2.3.

В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

По найденным величинам оптической плотности и соответствующим значениям массы ванадия строят градуировочный график. Допускается построение градуировочного графика в координатах: оптическая плотность — массовая доля ванадия.

#### 2.4. Обработка результатов

2.4.1. Массовую долю ванадия ( $X_1$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса ванадия, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески пробы, г.

2.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли ванадия приведены в табл. 1.

### 3. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

#### 3.1. Сущность метода

Метод основан на окислении ванадия (IV) марганцовокислым калием в сернокислой среде и титровании ванадия (V) раствором соли аммоний-железа (II) сернокислого. Конечную точку титрования определяют амперометрически, потенциметрически или визуально.

#### 3.2. Аппаратура и реактивы

Установка для потенциметрического или амперометрического титрования ванадия, обеспечивающая заданные метрологические характеристики точности определения.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или по ГОСТ 14262—78, разбавленная 1:1, 1:4 и 1:50.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или по ГОСТ 11125—84.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой концентрацией 25 г/дм<sup>3</sup>.

Железо (II) сернокислое 7-водное по ГОСТ 4148—78, свежеприготовленный раствор: 2 г сернокислого железа (II) растворяют в воде, прибавляют 5 см<sup>3</sup> серной кислоты, разбавляют раствор до 100 см<sup>3</sup> и перемешивают.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 20 г/дм<sup>3</sup>.

Мочевина по ГОСТ 6691—77, свежеприготовленный раствор с массовой концентрацией 200 г/дм<sup>3</sup>.

Натрий углекислый по ГОСТ 83—79, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм<sup>3</sup>.

Кислота фенилантраниловая, раствор с массовой концентрацией 2 г/дм<sup>3</sup>: 0,2 г фенилантраниловой кислоты растворяют в 100 см<sup>3</sup> горячего раствора углекислого натрия с массовой концентрацией 2 г/дм<sup>3</sup>.

Стандартные растворы ванадия — по п. 2.2.

Аммоний-железо (II) сернокислый (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, стандартные растворы с молярной концентрацией эквивалента 0,01 моль/дм<sup>3</sup> (раствор А) и 0,002 моль/дм<sup>3</sup> (раствор Б).

Раствор А: 4 г соли Мора растворяют в 1 дм<sup>3</sup> серной кислоты (1:50).

Раствор Б: 200 см<sup>3</sup> раствора А помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, разбавляют до метки водой и перемешивают.

Массовую концентрацию раствора соли Мора устанавливают по стандартному раствору ванадия. Для этого 5—10 см<sup>3</sup> стандартного раствора ванадия А или 10—20 см<sup>3</sup> раствора Б помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup> прибавляют 50—70 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), 10 см<sup>3</sup> раствора сернокислого железа и проводят через все стадии анализа, как приведено в п. 3.3. Полученный раствор титруют соответствующим раствором соли Мора, устанавливая конечную точку титрования амперометрическим или потенциометрическим методом или визуально, как приведено в разд. 3.3.

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

$$T = \frac{T_1 \cdot V_1}{V},$$

где  $T_1$  — массовая концентрация стандартного раствора ванадия А или Б, г/см<sup>3</sup>;

$V_1$  — объем стандартного раствора ванадия А или Б, взятый для установления массовой концентрации раствора соли Мора, см<sup>3</sup>;

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

### 3.3. Проведение анализа

3.3.1. Навеску стали или чугуна массой 2 г (при массовой доле ванадия 0,02—0,05 %) или 1 г (при массовой доле ванадия 0,05—0,25 %) помещают в стакан вместимостью 250 см<sup>3</sup>, приливают 50—70 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4) и нагревают до полного растворения. К раствору прибавляют по каплям азотную кислоту до прек-

ращения вспенивания и дополнительно 2—3 см<sup>3</sup>. Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты, охлаждают. Обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают до начала выделения паров серной кислоты. Содержимое стакана охлаждают, приливают 50—60 см<sup>3</sup> воды и нагревают до растворения солей.

Если образовался нерастворимый осадок, содержащий кремниевую кислоту и графит, то его отфильтровывают на фильтр «белая лента» и промывают 5—6 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в стакан вместимостью 400 см<sup>3</sup>. Фильтр с осадком отбрасывают. К раствору в стакане добавляют 50 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), охлаждают, добавляют 5—10 см<sup>3</sup> раствора сернокислого закисного железа, разбавляют водой до 150 см<sup>3</sup> и снова охлаждают до 17—20 °С.

К охлажденному раствору при постоянном перемешивании прибавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски. Через 1—2 мин прибавляют по каплям раствор азотистокислого натрия до полного исчезновения розовой окраски и немедленно прибавляют 10 см<sup>3</sup> мочевины.

Через 3 мин в раствор погружают выбранную пару электродов, (устанавливают при амперометрическом титровании необходимое напряжение), включают милливольтметр-микроамперметр, магнитную мешалку и титруют амперометрически или потенциометрически раствором соли Мора А или Б (в зависимости от массовой доли ванадия), прибавляя его небольшими порциями из микробюретки и отмечая показания прибора после каждого добавления титранта (при амперометрическом титровании или до резкого отклонения стрелки прибора (при потенциометрическом титровании)).

При визуальном определении конечной точки титрования к раствору, подготовленному для титрования, прибавляют 5—6 капель раствора фенолантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора до перехода вишневой окраски раствора в желто-зеленую.

Во всех случаях прибавление раствора соли Мора производят из микробюретки небольшими порциями, а в конце титрования — по каплям.

### 3.4. Обработка результатов

3.4.1. Массовую долю ванадия ( $X_2$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{T \cdot V \cdot 100}{m},$$

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

$V$  — объем раствора соли Мора, соответствующий конечной точке титрования, см<sup>3</sup>;

$m$  — масса навески пробы, г.

3.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли ванадия приведены в табл. 1.

#### 4. КУЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

##### 4.1. Сущность метода

Метод основан на взаимодействии ванадия (V) с электрохимически генерированными ионами железа (II). Конечную точку титрования устанавливают биперометрически с двумя поляризованными платиновыми электродами.

##### 4.2. Аппаратура и реактивы

Потенциостат П-5827, П-5848 или любой другой, работающий в режиме заданного тока.

Установка для амперометрического титрования с двумя поляризованными индикаторными электродами.

Рабочий генераторный электрод — вольфрамовый с площадью видимой поверхности 1,0—2,0 см<sup>2</sup>.

Электрод вспомогательный платиновый, площадью 0,5—1,0 см<sup>2</sup>.

Индикаторная система: два одинаковых платиновых электрода площадью 1 см<sup>2</sup>.

Источник напряжения, обеспечивающий подачу напряжения на электроды не менее 100 мВ.

Секундомер по ГОСТ 5072—79.

Вольфрам металлический для генераторного электрода (чистота не менее 99 %).

Квасцы железоаммонийные по ГОСТ 4205—77, раствор с молярной концентрацией 0,5 моль/дм<sup>3</sup>: 240 г железоаммонийных квасцов растворяют в 500 см<sup>3</sup> воды, осторожно приливают 100 см<sup>3</sup> серной кислоты и нагревают до полного растворения солей. Раствор охлаждают, доливают водой до 1 дм<sup>3</sup>, тщательно перемешивают и фильтруют через фильтр средней плотности.

Аммоний-железо (II) сернокислый (соль Мора) по ГОСТ 4208—72, раствор с массовой концентрацией 12 г/дм<sup>3</sup>: 12 г соли Мора растворяют в 400—500 см<sup>3</sup> воды, осторожно приливают 50 см<sup>3</sup> серной кислоты, охлаждают, доливают водой до 1 дм<sup>3</sup>, перемешивают и фильтруют через сухой фильтр средней плотности.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или ГОСТ 14262—78, раствор с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup>.

Остальные реактивы и растворы по п. 3.2.

##### 4.3. Проведение анализа

Навеску стали или чугуна в зависимости от массовой доли ванадия (см. табл. 2) растворяют и подготавливают раствор к титрованию до момента его охлаждения согласно п. 3.3.1.

К полученному раствору приливают 1—2 см<sup>3</sup> соли Мора.

Стакан с анализируемым раствором устанавливают на мешалку, включают перемешивание, прибавляют 10 см<sup>3</sup> раствора железоз-

Таблица 2

Массовая доля ванадия, %	Масса навески, г	Сила генераторного тока, мА
От 0,005 до 0,02 включ.	1,0—0,5	0,5—2,5
Св. 0,02 > 0,05 >	0,5—0,3	1,5—4,0
> 0,05 > 0,25 >	0,2—0,1	2,5—5,0

аммонийных квасцов, по каплям прибавляют раствор марганцовокислого калия до устойчивой в течение 1 мин розовой окраски раствора. Через 1—2 мин прибавляют по каплям раствор азотистокислого натрия до полного исчезновения розовой окраски и немедленно 1—2 г мочевины.

В стакан опускают генераторный и индикаторные электроды, накладывают на индикаторные электроды напряжение поляризации 50—100 мВ. В другой стакан, заполненный раствором серной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 0,1 моль/дм<sup>3</sup>, опускают платиновый электрод и замыкают цепь солевым мостиком, заполненным раствором серной кислоты той же концентрации.

Отмечают начальное положение индикатора измерительного прибора (микроамперметра), включенного в систему индикации конечной точки титрования, включают одновременно генераторный ток и секундомер. Электролиз ведут до тех пор, пока индикатор измерительного прибора не начнет отклоняться от первоначального положения. В этот момент выключают генераторный ток, одновременно останавливают секундомер и записывают показания индикатора (микроамперметра) и времени. В ходе титрования контролируют еще 2—3 раза показания индикаторной системы, включая генераторный ток и секундомер на 3—10 сек и записывая каждый раз показания.

Строят график зависимости показаний индикаторной системы от времени и находят время, соответствующее конечной точке титрования. Оно будет соответствовать точке пересечения прямолинейных участков обеих ветвей кривой.

#### 4.4. Обработка результатов

4.4.1. Массовую долю ванадия ( $X_3$ ) в процентах вычисляют по формуле Фарадея:

$$X_3 = \frac{K \cdot I \cdot t \cdot 100}{m};$$

$$K = \frac{1}{F} \cdot \frac{A}{n} = 0,0005280;$$

где  $F$  — число Фарадея ( $F = 96500$  Кл);

$A$  — атомная масса ванадия ( $A = 50,95$  г);

- $n$  — число электронов, участвующих в восстановлении ванадия ( $n-1$ );  
 $I$  — сила генераторного тока, А;  
 $t$  — время, соответствующее конечной точке титрования, с;  
 $m$  — масса навески пробы, г.

4.4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли ванадия приведены в табл. 1.

ПРИЛОЖЕНИЕ  
 Рекомендуемое

### ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВАНАДИЯ С БФГА ПРИ МАССОВОЙ ДОЛЕ 0,02—0,25 %

#### 1. Сущность метода

Метод основан на образовании окрашенного в фиолетовый цвет комплексного соединения ванадия (V) с *N*-фенилбензогидроксамовой кислотой в растворе соляной кислоты с молярной концентрацией эквивалента 6 моль/дм<sup>3</sup>, экстрагировании его хлороформом и измерении оптической плотности окрашенного раствора при длине волны 530 нм.

#### 2. Аппаратура и реактивы

Аппаратура и реактивы — по п. 2.2 настоящего стандарта с дополнениями.

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77 или по ГОСТ 14261—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77 или по ГОСТ 14262—78, разбавленная

1:4.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77 или по ГОСТ 11125—84.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

*N*-фенилбензогидроксамовая кислота (БФГА), раствор с массовой концентрацией 2 г/дм<sup>3</sup> в хлороформе.

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79

Хлороформ по ГОСТ 20015—84.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой концентрацией 0,3 г/дм<sup>3</sup>.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—75.

Стандартные растворы ванадия А и Б готовят как приведено в п. 2.2 настоящего стандарта.

Железо карбонильное радиотехническое по ГОСТ 13610—79.

#### 3. Проведение анализа

3.1. Навеску стали или чугуна массой 0,5 г (при массовой доле ванадия 0,02—0,1 %) или 0,25 г (при массовой доле ванадия 0,1—0,25 %) помещают в стакан вместимостью 200 см<sup>3</sup>, прибавляют 30 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), 5 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и растворяют при умеренном нагревании.

После полного растворения навески приливают по каплям азотную кислоту до прекращения вслеживания раствора. Раствор выпаривают до появления паров серной кислоты. Обмывают стенки стакана водой и вновь выпаривают до появления паров серной кислоты. Соли растворяют в 20 см<sup>3</sup> воды при нагревании, охлаждают и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>, доливают до метки водой и перемешивают. В случае анализа чугуна раствор фильтруют на фильтр средней плотности и промывают осадок 5—6 раз горячей водой, собирая фильтрат и промывные воды в мерную колбу вместимостью 100 см<sup>3</sup>. Фильтр с осадком отбрасывают.

Аликвотную часть раствора 15 см<sup>3</sup> помещают в делительную воронку вместимостью 100 см<sup>3</sup>, последовательно при перемешивании прибавляют раствор

марганцовокислого калия до появления устойчивой розовой окраски и 3—4 капли в избыток, выдерживают в течение 1 мин, прибавляют 15 см<sup>3</sup> раствора соляной кислоты, 10 см<sup>3</sup> раствора БФГА в хлороформе и встряхивают в течение 1 мин.

Хлороформенный экстракт сливают в мерную колбу вместимостью 25 см<sup>3</sup>. К раствору в делительной воронке прибавляют 5 см<sup>3</sup> раствора БФГА в хлороформе и встряхивают в течение 30 с. Полученные экстракты объединяют, доливают хлороформом до метки, перемешивают и через 1 час измеряют оптическую плотность растворов на спектрофотометре при длине волны 530 нм или на фотозлектроколориметре со светофильтром, имеющим область пропускания в интервале длин волн 500—560 нм. В качестве раствора сравнения используют хлороформ.

Результаты анализа вычисляют по градуировочному графику или методом сравнения со стандартным образцом, близким по составу к анализируемой пробе и проведенным через все стадии анализа.

Из значения оптической плотности каждого анализируемого раствора вычитают значение оптической плотности контрольного опыта.

### 3.2. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов вместимостью 200 см<sup>3</sup> помещают 0,5 или 0,25 г карбонильного железа (в зависимости от навески пробы). В пять из них приливают 0,5; 1,0; 3,0; 5,0 и 7,0 см<sup>3</sup> стандартного раствора В, что соответствует 0,00005; 0,00010; 0,00030; 0,00050; 0,00070 г ванадия. Шестой стакан служит для проведения контрольного опыта. Во все стаканы приливают по 30 см<sup>3</sup> серной кислоты (1:4), 5 см<sup>3</sup> ортофосфорной кислоты и растворяют железо при умеренном нагревании. Далее поступают, как приведено в п. 3.

По найденным значениям оптической плотности и соответствующим им значениям массы ванадия строят градуировочный график. Допускается построение градуировочного графика в координатах: оптическая плотность — массовая доля ванадия.

## 4. Обработка результатов

4.1. Массовую долю ванадия ( $X_4$ ) в процентах вычисляют по формуле

$$X_4 = \frac{m_1 \cdot 100}{m},$$

где  $m_1$  — масса ванадия в анализируемой пробе, найденная по градуировочному графику, г;

$m$  — масса навески пробы, г.

4.2. Нормы точности и нормативы контроля точности определения массовой доли ванадия приведены в табл. 1.