

Določevanje silicija v ferovanadiju s perklorovo kislino

Silicij se da enostavno določiti v ferovanadiju s perklorovo kislino, če se oborina vanadijevega pentoksida reducira s primernim reducentom. Izolirani silicijev dioksid je zelo čist, metoda je kratkotrajna in zanesljiva

PRINCIP METODE

Ferovanadij se razkroji v dušikovi kislini. V vreli perklorovi kislini pride vanadij v vanadijev pentoksid, silicijeva kislina pa postane netopna. S primernim redukcijskim sredstvom raztopimo vanadijev pentoksid, medtem ko ostane silicijeva kislina netopna in lahko filtrirna.

EKSPERIMENTALNI DEL

Kemikalije

Dušikova kislina, HNO_3 , p. a. (1+1)

Perklorova kislina, HClO_4 , p. a. (60 do 70 %)

Hidrazinklorid, $\text{NH}_2\text{NH}_2 \cdot 2\text{HCl}$, 5-odstotna raztopina

Žveplove (VI) kislina, H_2SO_4 , p. a. (1+1)

Fluorovodikova kislina, HF , p. a. (35 %)

Klorovodikova kislina, HCl , p. a. (1+10)

POSTOPEK

2 g drobno zmletega ferovanadija zatehtamo v 400 ml čašo, jo pokrijemo z urnim steklom in postavimo v hladilno vodo. Na vzorec vlijemo 20 ml dušikove kisline. Ko se reakcija pomiri, izplaknemo urno steklo z vodo, čašo pa postavimo na zmerno ogrevano kuhalno ploščo. Raztopini dolijemo še 30 ml perklorove kisline med mešanjem. Nad čašo postavimo infrardečo luč za površinsko izparevanje. Ko se pojavijo močne bele pare, pustimo raztopino vreti še 5 minut.

Ohlajeno raztopino razredčimo s 100 ml vrele vode in med mešanjem dokapavamo 5-odstotno raztopino hidrazinklorida, dokler se ne reducira ves vanadijev pentoksid, in raztopina ne postane intenzivno modre barve. Tekočino precedimo skozi srednje gost filterški papir, silicijevo kislino pa

spravimo kvantitativno na papir. Filterški papir z oborino dobro speremo s toplo klorovodikovo pralno vodo (1+10) in končno še z vročo vodo.

V platinskem lončku previdno upepelimo filter in ostanek žarimo pri 1100°C do konstantne teže (a). Ostanek v lončku omočimo s 6 kapljicami žveplove (VI) kisline (1+4) in dolijemo še 5 do 10 ml fluorovodikove kisline. Ko pod infrardečo lučjo izparimo vsebino, žarimo lonček pri 1100°C do konstantne teže (b). Ugotovljena zguba teže je silicijev dioksid.

Odstotek silicija zračunamo po obrazcu:

$$\% \text{ Si} = \frac{(a-b) \times 0.4672 \times 100}{z}$$

kjer pomeni (a) težo platinskega lončka z nečistim ostankom pred odkajenjem, (b) težo lončka po odkajenju silicijevega tetrafluorida in (z) zatehto vzorca, vse v gramih. Dovoljeno odstopanje med določitvama se zračuna po obrazcu:

$$0.02 + 0.03 \times \% \text{ Si}$$

Če odstopata določitvi za več od dovoljenega odstopanja, moramo analizo ponoviti.

V razpredelnici so navedeni rezultati za silicij v ferovanadiju, ki smo jih ugotovili primerjalno s klorovodikovo in s perklorovo kislino.

Vzorec št.	% Si po HCl postopku	% Si po HClO_4 postopku	Dovoljeno odstopanje v %
1	0,58	0,59	0,037
2	0,54	0,52	0,036
3	1,02	1,03	0,051
4	1,42	1,46	0,063

SKLEP

Rezultati potrjujejo, da je postopek s perklorovo kislino enakovreden postopku s klorovodikovo kislino. Pri postopku s perklorovo kislino se izognemo dolgotrajnemu dvakratnemu izparevanju. Izparevanje perklorove kisline pod infrardečo lučjo je mirno in se ni bati brizganja, če kuhalnik ni prevroč.

ZUSAMMENFASSUNG

Man löst Ferrovanadin vorsichtig in Salpetersäure (1 + 1). In siedender Überchlorsäure wird die Kieselsäure insolubilisiert, Vanadin aber geht in die unlösliche Form von Vanadinpentoxid über. Der kalte Rückstand wird mit

siedendem Wasser verdünnt und der Vanadinpentoxid tropfenweise mit 5 %-er Hydrazinchloridlösung reduziert. Die Kieselsäure wird abfiltriert und nach bekannter Weise bestimmt.

SUMMARY

After solving the sample in nitric acid (1 + 1), silicon in ferrovanadium can be determined as silicon dioxide in very pure form with perchloric acid. The solution is evaporated to white fumes, preferably under a radiant infrared heater. In hot aqueous solution vanadium pentoxide is

reduced with hydrazin chloride, and silicon dioxide is filtered off and ignited. The difference in weights before and after volatilization of silicon tetrafluoride gives the content of silicon in ferrovanadium.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Феррованадий осторожно растворяют в азотной кислоте (1:1). В горячей перхлорной кислоте двуокись кремния (SiO_2) растворяется а ванадий переходит в нерастворимую форму V_2O_5 . Остаток

разбавляют с горячей водой и восстанавливают V_2O_5 с 5 % раствором гидразинхлорида добавая его по каплям. SiO_2 отфильтровывают и определяют известным методом.