Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

РЕДКОЗЕМЕЛЬНЫЕ МЕТАЛЛЫ И ИХ ОКИСИ

Метод определения ванадия

ГОСТ 23862.20—79

Rare-earth metals and their oxides.
Method of determination of vanadium

МКС 77.120.99
ОКСТУ 1709

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 19 октября 1979 г. № 3989 дата введения установлена

01.01.81

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

Настоящий стандарт устанавливает фотометрический метод определения ванадия (от $1 \cdot 10^{-5}$ % до $1 \cdot 10^{-4}$ %) в редкоземельных металлах и их окисях (кроме церия и его двуокиси).

Метод основан на каталитическом действии ионов ванадата на реакцию окисления Аш-кислоты броматом калия. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют на фотоэлектроколориметре. Содержание ванадия в пробе находят по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 23862.0—79.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр ФЭК-56 или аналогичный прибор.

Баня водяная.

Пипетки вместимостью 2 $см^3$.

Аппарат для перегонки с кварцевой или платиновой колбой.

Стаканы вместимостью 250, 1000 $см^3$.

Цилиндры кварцевые с притертыми пробками вместимостью 15 $см^3$, откалиброванные на 5 и 10 $см^3$; перед работой цилиндры тщательно моют перегнанной серной кислотой, разбавленной 1 : 1, прополаскивают бидистиллатом, помещают в стакан вместимостью 1000 $см^3$ и пропаривают в кипящей воде в течение 30—40 мин.

Бумага универсальная индикаторная.

Вода деионизованная.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., дополнительно перегнанная в кварцевом аппарате (отбирают средние фракции), разбавленная 1 : 1, 1 : 3.

Аммиак водный особой чистоты по ГОСТ 24147—80, разбавленный 1 : 4.

Кислота азотная особой чистоты по ГОСТ 11125—84, дополнительно перегнанная в аппарате с кварцевой или платиновой колбой (отбирают средние фракции) и разбавленная 1 : 3, готовят в день употребления.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

Издание с Изменением № 1, утвержденным в апреле 1985 г. (ИУС 7—85).

gost.e-ecolog.ru

Кислота щавелевая по ГОСТ 22180—76, х. ч., раствор с концентрацией 1 г/дм³.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, х. ч., раствор с концентрацией 20 г/дм³.

Кислота уксусная по ГОСТ 18270—72, х. ч., дополнительно дважды перегнанная в кварцевом аппарате (отбирают средние фракции), разбавленная 1 : 20.

Калий бромноватокислый по ГОСТ 4457—74, х. ч., дополнительно дважды перекристаллизованный из водных растворов; раствор с концентрацией 10 г/дм³. Для перекристаллизации бромноватокислого калия навеску массой 200—240 г помещают в стакан вместимостью 1000 см³, добавляют 800 см³ горячей воды, раствор фильтруют через фильтр, предварительно промытый несколько раз горячей водой, фильтрат упаривают до появления на поверхности кристаллической пленки, охлаждают до 15 °С. Выпавшие кристаллы отфильтровывают, растворяют в 700 см³ горячей воды, фильтруют, упаривают до появления на поверхности кристаллической пленки, охлаждают до 15 °С. Выпавшие кристаллы отфильтровывают и сушат при 80—85 °С. Перекристаллизованный бромноватокислый калий хранят в темной банке с притертой крышкой.

1-амино-8-нафтол-3,6-дисульфокислоты монокалиевая соль (Аш-кислота), ч., дополнительно перекристаллизованная из водных растворов, 0,02 моль/дм³ раствор: навеску Аш-кислоты массой 0,073 г помещают в кварцевый цилиндр, доводят водой до метки 10 см³, погружают в воду с температурой 70—80 °С на 30—40 с, охлаждают до комнатной температуры. Цилиндр оборачивают темной бумагой. Для перекристаллизации Аш-кислоты готовят ее горячий насыщенный раствор, отфильтровывают через фильтр, предварительно промытый несколько раз горячей водой, фильтрат охлаждают до температуры 10—12 °С. Выпавшие кристаллы фильтруют и сушат между листами фильтровальной бумаги.

Перекристаллизованную Аш-кислоту готовят в день употребления и хранят в темной банке с притертой крышкой.

Ванадий металлический.

Стандартный раствор ванадия (запасной), содержащий 1 мг/см³ ванадия: навеску металлического ванадия массой 0,1 г помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 10 см³ раствора серной кислоты, разбавленной 1 : 3, 1 см³ концентрированной азотной кислоты. После полного растворения пробы содержимое стакана упаривают до паров серного ангидрида, охлаждают до комнатной температуры, обмывают стенки стакана водой и снова упаривают до паров серного ангидрида, охлаждают до комнатной температуры, добавляют 10—15 см³ воды и по каплям приливают раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски. Избыток марганцовокислого калия разрушают, добавляя по каплям раствор щавелевой кислоты при перемешивании до исчезновения розовой окраски. Содержимое стакана переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают.

Раствор ванадия, содержащий 0,1 мкг/см³ ванадия, готовят последовательным разбавлением водой стандартного (запасного) раствора ванадия в 10000 раз. Раствор готовят в день употребления.

Разд. 2. **(Измененная редакция, Изм. № 1).**

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску анализируемой пробы окиси РЗЭ массой 0,5 г или соответствующее количество металла помещают в кварцевый цилиндр вместимостью 15 см³, приливают 1,5—2 см³ воды, 3 см³ раствора азотной кислоты, разбавленной 1 : 3, перемешивают. Цилиндр помещают в стакан с водой, нагретой до 70—80 °С, и выдерживают в нем до полного растворения пробы, охлаждают до комнатной температуры, устанавливают pH 2—2,5 раствором аммиака (проверяют по универсальной индикаторной бумаге); доводят водой до объема 10 см³ и перемешивают.

Из полученного раствора отбирают 2 см³ в кварцевый цилиндр вместимостью 15 см³, устанавливают раствором аммиака pH 2—2,5 по универсальной индикаторной бумаге, добавляют 0,4 см³ раствора бромноватокислого калия, доводят раствором уксусной кислоты до метки 5 см³, перемешивают, добавляют 0,2 см³ раствора Аш-кислоты, перемешивают. Цилиндры с растворами погружают в водяную баню с температурой 50—52 °С и выдерживают при этой температуре в течение 15 мин, быстро охлаждают до комнатной температуры. Оптическую плотность испытуемого раствора измеряют на фотоэлектроколориметре (λ_{max} = 490 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения используют воду.

Одновременно с анализом образца через все стадии анализа проводят контрольный опыт на реактивы. Значение оптической плотности раствора контрольного опыта вычитают из значения оптической плотности испытуемого раствора и по полученному значению оптической плотности находят массу ванадия по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Построение градуировочного графика

3.2.1. В кварцевые цилиндры вместимостью 15 см^3 вводят по 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 см^3 раствора ванадия (содержащего 0,1 мкг/см^3 ванадия), приливают по 0,4 см^3 раствора бромноватокислого калия, доводят раствором уксусной кислоты до метки 5 см^3, перемешивают, добавляют по 0,2 см^3 раствора Аш-кислоты и перемешивают. В один из цилиндров вводят все реактивы, кроме ванадия (нулевой раствор). Цилиндры с растворами погружают в водяную баню с температурой 50—52 °С и выдерживают при этой температуре в течение 15 мин, быстро охлаждают до комнатной температуры. Оптическую плотность растворов измеряют на фотоэлектроколориметре (λ_{max} = 490 нм) в кювете с толщиной поглощающего свет слоя 10 мм. В качестве раствора сравнения используют воду. Значение оптической плотности нулевого раствора вычитают из значения оптических плотностей стандартных растворов. Измерение повторяют не менее трех раз.

По найденным средним значениям оптических плотностей и соответствующим им массам ванадия строят градуировочный график, по оси абсцисс откладывают массу ванадия, а по оси ординат — оптическую плотность раствора. Отдельные точки графика проверяют одновременно с проведением анализа проб.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X=\frac{m_1}{m}\cdot 5\cdot 10^{-4},$$

где m_1 — масса ванадия в образце, мкг;

m — масса навески анализируемой пробы, г.

4.2. Расхождения результатов двух параллельных определений или результатов двух анализов не должны превышать значений допускаемых расхождений, указанных в таблице.

Массовая доля ванадия, %	Допускаемое расхождение, %
$1\cdot 10^{-5}$	$1\cdot 10^{-5}$
$5\cdot 10^{-5}$	$2\cdot 10^{-5}$
$1\cdot 10^{-4}$	$5\cdot 10^{-5}$

gost.e-ecolog.ru