НАЦИОНАЛЬНЫЕ СТАНДАРТЫ

# Цветные металлы

# АЛЮМИНИЙ

## Методы анализа

Издание официальное

Москва
ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
2004

1-1-1475

gost.e-ecolog.ru

УДК 669.71:006.354

## ОТ ИЗДАТЕЛЬСТВА

Сборник «Цветные металлы. Алюминий. Методы анализа» содержит стандарты, утвержденные до 1 августа 2004 г.

В стандарты внесены изменения, принятые до указанного срока.

Текущая информация о вновь утвержденных и пересмотренных стандартах, а также о принятых к ним изменениях публикуется в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты».

© ИПК Издательство стандартов, 2004

Группа В59

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

# АЛЮМИНИЙ

## Методы определения ванадия

Methods for determination of vanadium

ГОСТ 12697.1—77

Взамен ГОСТ 12697—67 в части разд. 2

МКС 77.120.10
ОКСТУ 1709

**Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 27.09.77 № 2315 дата введения установлена** 01.01.79

**Ограничение срока действия снято по протоколу № 3—93 Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации (ИУС 5-6—93)**

Настоящий стандарт устанавливает фотометрические методы определения ванадия в алюминии:

- метод с применением N-бензоил-N′-фенилгидроксиламина (при массовой доле ванадия от 0,0005 до 0,01 %);
- метод с применением фосфорно-вольфрамовой кислоты (при массовой доле ванадия от 0,002 до 0,03 %).

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

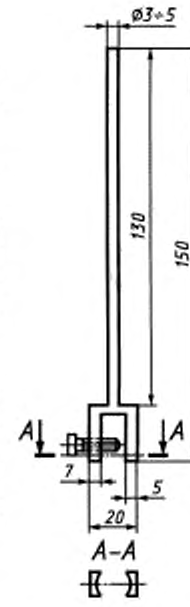
## 1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 25086—87.

**(Измененная редакция, Изм. № 2).**

1.2. Для анализа алюминия высокой чистоты марок А995 и А99 пробу алюминия изготовляют в виде стержней размером 5 × 20 × 130 мм и в виде стержней с размерами ∅ = 6—10 мм, $l$ = 100—130 мм.

В верхней части стержень затачивают по размеру держателя образца (см. чертеж).




1.3. Массовую долю компонентов в алюминии определяют по трем навескам.

1.4. Определение массовой доли компонентов в алюминии высокой чистоты должно быть выполнено в двух сериях из двух параллельных навесок в каждой серии. За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух серий.

1.2—1.4. **(Измененная редакция, Изм. № 2, 3).**

1.5. Допускается применение другой аппаратуры, материалов и реактивов при условии получения метрологических характеристик, не уступающих указанным в соответствующих стандартах на методы анализа.

1.6. Допускается применение других методик, аттестованных по ГОСТ 8.010—90[1], если их метрологические характеристики не уступают характеристикам методик, включенных в настоящие стандарты.

[1] На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 8.563—96.

**Издание официальное** **Перепечатка воспрещена**

*Издание с Изменениями № 1, 2, 3, утвержденными в ноябре 1981 г., ноябре 1985 г., мае 1988 г. (ИУС 1—82, 2—86, 8—88).*

1.7. Числовое значение результата анализа должно оканчиваться цифрой того же разряда, что и нормируемый показатель марочного состава.

1.8. Для анализа алюминия высокой чистоты применяют посуду из кварцевого стекла по ГОСТ 19908—90.

1.9. По истечении гарантийного срока действия реактивов допускается производить проверку годности реактивов путем анализа стандартных образцов алюминия не реже одного раза в квартал.

1.5—1.9. **(Введены дополнительно, Изм. № 3).**

**А. Фотометрический метод определения ванадия с N-бензоил-N′-фенилгидроксиламином**

Метод основан на образовании в сернокислом растворе 2,25 моль/дм³ окрашенного в фиолетовый цвет комплексного соединения пятивалентного ванадия с N-бензоил-N′-фенилгидроксиламином. Это соединение экстрагируется хлороформом после создания кислотности раствора 3,5 моль/дм³ по соляной кислоте.

Влияние титана устраняют добавлением фтористого натрия.

Окрашенный раствор фотометрируют при $\lambda = 526$ нм.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

## 2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-16, СФ-26 или аналогичного типа.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88* 2-го класса точности с погрешностью взвешивания 0,0002 г.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и раствор 4 моль/дм³.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, растворы с массовой долей 5 и 20 %. Хранят в полиэтиленовой посуде.

Хлороформ (трихлорметан) по ГОСТ 20015—88.

N-бензоил-N′-фенилгидроксиламин (N-фенилбензогидроксимовая кислота), раствор с массовой долей 0,1 % в хлороформе.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—75, раствор с массовой долей 0,6 %.

Натрий фтористый по ГОСТ 4463—76.

Ванадия пятиокись.

Растворы ванадия стандартные.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, разбавленная 1:1.

Ванадий металлический.

Натрий сернокислый безводный по ГОСТ 4166—76.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,1785 г пятиокиси ванадия, предварительно высушенной при 250 °С и охлажденной в эксикаторе, растворяют в 8 см³ раствора гидроксида натрия 50 г/дм³, затем раствор подкисляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают или 0,1000 г ванадия растворяют в 20 см³ азотной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,1 мг ванадия (V).

Раствор Б; готовят следующим образом: пипеткой отбирают 25 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см³ раствора Б содержит 0,005 мг ванадия (V).

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

## 3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Навеску алюминия массой 2 г помещают в стакан вместимостью 400 см³ или в никелевую чашку с крышкой вместимостью 250 см³, приливают 50 см³ раствора гидрооксида натрия 200 г/дм², накрывают стакан часовым стеклом. После окончания бурной реакции обмывают стекло и стенки

* С 1 июля 2002 г. введен в действие ГОСТ 24104—2001 (здесь и далее.)

стакана водой и нагревают до растворения навески. К охлажденному раствору приливают 50 см³ воды, а затем раствор 4 моль/дм³ серной кислоты в количестве, необходимом для перевода 2 г алюминия в сернокислый (27,8 см³) и для нейтрализации гидроксида натрия. Расход кислоты на нейтрализацию гидроксида натрия устанавливают титрованием раствора гидроксида натрия раствором 4 моль/дм³ серной кислоты в присутствии метилового оранжевого.

Серную кислоту следует прибавлять осторожно, чтобы избежать разбрызгивания раствора. Раствор нагревают до растворения солей, охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 200 см³ и разбавляют водой до метки.

Отбирают пипеткой 25—50 см³ раствора в зависимости от предполагаемой массовой доли ванадия в делительную воронку вместимостью 200 см³. Разбавляют водой до 50 см³. Приливают 17,5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, окисляют ванадий до пятивалентного, прибавляя по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски. Через 5 мин в делительную воронку прибавляют 10 см³ раствора N-бензоил-N'-фенилгидроксиламина, затем 32 см³ соляной кислоты. Соляную кислоту добавляют непосредственно перед экстракцией цветного комплекса. Раствор встряхивают в течение 1 мин и после разделения фаз хлороформную фазу переводят в сухую мерную колбу вместимостью 50 см³, не допуская попадания водной фазы.

Экстрагирование повторяют с 10 см³ хлороформа, сливая хлороформную фазу в ту же мерную колбу. Экстракт в мерной колбе доливают до метки хлороформом и перемешивают. В мерную колбу для получения прозрачного раствора можно добавить 1 г сернокислого натрия и встряхнуть.

Если в пробе массовая доля титана больше массовой доли ванадия в 10 раз, что заметно по коричневой окраске хлороформных экстрактов, то перед окислением ванадия марганцевокислым калием добавляют 0,3 г фтористого натрия.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 385 нм.

Раствором сравнения служит хлороформ.

Одновременно проводят контрольный опыт. Для этого в мерную колбу вместимостью 200 см³ помещают раствор 4 моль/дм³ серной кислоты в количестве на 27,8 см³ меньше, чем для испытуемого раствора, осторожно вливают 50 см³ раствора гидроксида натрия 200 г/дм³, доливают до метки водой и перемешивают. Отбирают аликвотную часть раствора, соответствующую аликвотной части испытуемого раствора, в делительную воронку вместимостью 200 см³ и анализ проводят, как указано выше.

Массу ванадия определяют по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

3.2. Построение градуировочного графика

В делительные воронки вместимостью по 200 см³ из микробюретки приливают 0, 1, 2, 4, 6, 8, 10 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 мг ванадия.

В каждую делительную воронку приливают 17,5 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, доливают водой до 70 см³ и далее анализ проводят, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который ванадий не добавлялся. По полученным значениям оптической плотности растворов и известным массам ванадия строят градуировочный график.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

## 4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X = \frac{m \cdot V \cdot 100}{V_1 \cdot m_1 \quad 1000},$$

где $m$ — масса ванадия, найденная по градуировочному графику, мг;

$V$ — общий объем раствора, см³;

$V_1$ — объем аликвотной части раствора, см³;

$m_1$ — масса навески алюминия, г.

4.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 1.

Таблица 1

| Массовая доля ванадия, % | Допускаемое расхождение, % | |
|---|---|---|
| | сходимости, отн. | воспроизводимости, отн. |
| От 0,0005 до 0,003 включ. | 30 | 45 |
| Св. 0,003 » 0,01 » | 20 | 30 |

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

**Б. Фотометрический метод определения ванадия с применением фосфорно-вольфрамовой кислоты**

Метод основан на образовании желтого комплексного соединения с фосфорно-вольфрамовой кислотой. Окрашенный раствор фотометрируют при $\lambda = 430$ нм.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

## 5. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-56М, ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-16, СФ-26 или аналогичного типа.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—88 2-го класса точности с погрешностью взвешивания 0,0002 г.

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

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—80.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 25 %.

Натрий вольфрамовокислый по ГОСТ 18289—78, раствор 0,5 моль/дм$^3$.

Ванадия пятиокись.

Ванадий металлический.

Растворы ванадия стандартные.

Раствор А; 0,1785 г пятиокиси ванадия, предварительно высушенной при 250 °С и охлажденной в эксикаторе, растворяют в смеси из 50 см$^3$ воды и 10 см$^3$ раствора гидроксида натрия, подкисляют 20 см$^3$ концентрированной азотной кислоты, затем раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают; или 0,1000 г ванадия растворяют в 20 см$^3$ азотной кислоты, разбавленной 1:1. После растворения переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см$^3$ раствора А содержит 0,1 мг ванадия.

Раствор Б; пипеткой отбирают 10 см$^3$ раствора А в мерную колбу вместимостью 100 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед употреблением.

1 см$^3$ раствора Б содержит 0,01 мг ванадия.

Разд. 5. **(Измененная редакция, Изм. № 3).**

## 6. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

6.1. 1 г пробы при массовой доле ванадия до 0,015 % или 0,5 г при массовой доле ванадия более 0,015 % растворяют в 10 см$^3$ раствора гидроксида натрия в никелевой чашке с крышкой вместимостью 250 см$^3$ или в стакане вместимостью 400 см$^3$, накрывая стакан часовым стеклом.

После растворения подкисляют 20 см$^3$ азотной кислоты и кипятят до просветления. Раствор разбавляют горячей водой до объема приблизительно 40 см$^3$, добавляют 1,0 см$^3$ ортофосфорной кислоты и 1,5 см$^3$ раствора вольфрамовокислого натрия и перемешивают. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 50 см$^3$, доливают до метки водой и перемешивают. Через 30 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует 430 нм.

Раствором сравнения служит вода. Одновременно проводят контрольный опыт.

Массу ванадия определяют по градуировочному графику, учитывая поправку контрольного опыта.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

6.2. Построение градуировочного графика

В шесть стаканов вместимостью по 250 см³ из бюретки приливают 0; 2; 5; 8; 10 и 15 см³ стандартного раствора Б, что соответствует содержанию 0; 0,02; 0,05; 0,08; 0,10 и 0,15 мг ванадия.

Раствор разбавляют горячей водой до объема приблизительно 40 см³ и далее анализ проводят, как указано в п. 3.3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который ванадий не добавляется. По полученным значениям оптической плотности растворов и известным массам ванадия строят градуировочный график.

**(Измененная редакция, Изм. № 3).**

## 7. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1 \cdot 1000},$$

где $m$ — масса ванадия, найденная по градуировочному графику, мг;

$m_1$ — масса навески алюминия, г.

**(Введен дополнительно, Изм. № 1).**

7.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений не должны превышать значений, указанных в табл. 2.

Таблица 2

| Массовая доля ванадия, % | Допускаемое расхождение, % | |
|---|---|---|
| | сходимости, отн. | воспроизводимости, отн. |
| От 0,002 до 0,01 включ. | 20 | 30 |
| Св. 0,01 » 0,03 » | 10 | 15 |

**(Измененная редакция, Изм. № 1, 3).**

gost.e-ecolog.ru