УДК 622.346.1—15 : 546.881.06 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ХРОМОВЫЕ И КОНЦЕНТРАТЫ

Метод определения содержания ванадия

Chromium ores and concentrates.
Method for determination of vanadium content

ГОСТ 15848.17-70

Постановлением Комитета стандартов, мер и измерительных приборов при Совете Министров СССР от 10/IV 1970 г. № 482 срок введения установлен с 1/I 1971 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает фотоколориметрический метод определения содержания ванадия (при содержании от 0,005 до 0,2%).

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет фосфорновольфрамованадиевого комплексного соединения.

Навеску руды или концентрата разлагают в азотной и хлорной кислотах. Хром, мешающий определению, отгоняют в виде хлористого хромила.

Применение метода предусматривается в стандартах и технических условиях на хромовые руды и концентраты, устанавливающих технические требования на них.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу определения содержания ванадия—по ГОСТ 15848.0—70.

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—67.

Кислота хлорная.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—67 и разбавленная 1 : 1 и 1 : 100.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552—58, разбавленная 1 : 2.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

Кислота серная по ГОСТ 4204—66, разбавленная 1 : 4.

Натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—66, раствор 20 *г/л*.

Калий марганцовокислый по ГОСТ 4527—65, раствор 20 *г/л*.

Натрий вольфрамовокислый, раствор 150 *г/л*.

Аммоний ванадиевокислый мета по ГОСТ 9336—60, стандартные растворы.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,5741 *г* реактива помещают в стакан вместимостью 200—250 *мл*, приливают 25—30 *мл* разбавленной серной кислоты и нагревают до растворения навески. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 *мл*, доливают водой до метки и перемешивают.

Раствор Б; готовят следующим образом: 20 *мл* раствора А наливают в мерную колбу вместимостью 1000 *мл*, доливают водой до метки и перемешивают.

1 *мл* раствора Б содержит 0,000005 *г* ванадия.

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. Величина аликвотной части раствора при навеске, равной 0,5 *г*, в зависимости от содержания ванадия указана в табл. 1.

Таблица 1

Содержание ванадия в %	Аликвотная часть раствора в *мл*
От 0,005 до 0,05	20
Св. 0,05 „ 0,1	10
„ 0,1 „ 0,2	5

0,5 *г* руды или концентрата помещают в стакан вместимостью 200—250 *мл*, смачивают водой, приливают 5 *мл* азотной кислоты, 50 *мл* хлорной кислоты, стакан накрывают часовым стеклом, нагревают до начала выделения паров хлорной кислоты и еще 10—15 *мин*, после чего содержимое стакана охлаждают, обмывают стенки его и часовое стекло водой, вновь нагревают до начала выделения паров хлорной кислоты и еще 10—15 *мин*. Эту операцию повторяют до полного разложения навески. Затем приступают к отгонке хрома. Для этого отодвигают часовое стекло и осторожно по каплям приливают по стенкам стакана соляную кислоту до прекращения выделения бурых паров хлористого хромила. Стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до полного окисления хрома (раствор приобретает оранжевую окраску).

Операцию отгонки хлористого хромила повторяют до удаления основной массы хрома (раствор должен стать почти бесцвет-

ным). Раствор выпаривают досуха, приливают 5 *мл* соляной кислоты и вновь выпаривают досуха. К сухому остатку приливают 3 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, нагревают, приливают 20—25 *мл* горячей воды и нагревание продолжают до растворения солей.

Осадок кремниевой кислоты отфильтровывают на фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы. Стакан и осадок на фильтре промывают по 5—6 раз горячей разбавленной 1 : 100 соляной кислотой. Фильтрат и промывную жидкость собирают в стакан вместимостью 100 *мл* и выпаривают до 25—30 *мл*. Раствор охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 50 *мл*, доливают водой до метки и перемешивают.

Две аликвотные части раствора, величина которых зависит от содержания ванадия в анализируемом материале (см. табл. 1), наливают в мерные колбы вместимостью по 50 *мл*. В каждую колбу прибавляют по каплям при перемешивании раствор марганцовокислого калия до получения устойчивой розовой окраски раствора. Через 2—3 *мин* прибавляют при перемешивании, по каплям, раствор азотистокислого натрия до обесцвечивания раствора, затем приливают по 3 *мл* разбавленной ортофосфорной кислоты, растворы перемешивают и в одну из колб приливают 1 *мл* раствора вольфрамовокислого натрия. Растворы в колбах доливают водой до метки и перемешивают.

Через 20 *мин* определяют оптическую плотность растворов на фотоэлектроколориметре с синим светофильтром (область светопропускания 400—420 *нм*) в кювете с толщиной слоя 50 *мм*.

В качестве раствора сравнения применяют раствор, в который не добавляли раствор вольфрамовокислого натрия.

По найденной величине оптической плотности раствора с учетом поправки контрольного опыта находят содержание ванадия по калибровочному графику.

3.2. **Построение калибровочного графика**

В шесть мерных колб вместимостью по 50 *мл* наливают 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0 и 20,0 *мл* стандартного раствора ванадиевокислого аммония. Седьмая мерная колба служит для проведения контрольного опыта. Растворы в колбах доливают водой до 20 *мл*, приливают по 3 *мл* разбавленной 1 : 1 соляной кислоты, по две капли раствора марганцовокислого калия и оставляют на 2—3 *мин*. К растворам прибавляют по две капли раствора азотистокислого натрия, перемешивают, приливают по 2 *мл* разбавленной ортофосфорной кислоты и 1 *мл* раствора вольфрамовокислого натрия, доливают водой до метки, перемешивают и через 20 *мин* фотометрируют, как указано в п. 3.1, с той лишь разницей, что в качестве раствора сравнения используют раствор

контрольного опыта. По найденным значениям оптической плотности растворов и соответствующим им содержаниям ванадия в граммах строят калибровочный график.

4. ПОДСЧЕТ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

4.1. Содержание ванадия (X) в процентах вычисляют по формуле:

$$X = \frac{g \cdot 100}{G},$$

где:

g — масса ванадия, найденная по калибровочному графику, в *г*;

G — навеска руды или концентрата, соответствующая аликвотной части раствора, в *г*.

4.2. Максимальное расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины допускаемого расхождения для соответствующего интервала содержания ванадия, приведенной в табл. 2.

Средний результат одновременно проведенного анализа стандартного образца не должен отличаться от результата, указанного в свидетельстве, более чем на величину половины допускаемого расхождения.

При получении неудовлетворительных результатов определение повторяют.

За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое результатов параллельных определений.

Таблица 2

Содержание ванадия в %	Допускаемые расхождения между результатами параллельных определений в абс. %
От 0,005 до 0,01	0,006
Св. 0,01 „ 0,03	0,01
„ 0,03 „ 0,05	0,016
„ 0,05 „ 0,1	0,02
„ 0,1 „ 0,2	0,03

Контрольный экз.

Изменение № 1 ГОСТ 15848.17—70 Руды хромовые и концентраты. Метод определения содержания ванадия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 02.08.85 № 2458 срок введения установлен

с 01.01.86

Наименование стандарта изложить в новой редакции: **«Руды хромовые и концентраты. Метод определения ванадия**

Chromium ores and concentrates. Method for determination of vanadium».

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0741.

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: г/л на г/дм^3, мл на см^3.

Вводная часть. Первый абзац изложить в новой редакции: «Настоящий стандарт распространяется на хромовые руды и концентраты и устанавливает фотометрический метод определения массовой доли ванадия от 0,005 до 0,2 %»;

четвертый абзац исключить.

Пункт 1.1. Исключить слово: «содержания»; заменить ссылку: ГОСТ 15848.0—70 на ГОСТ 15848.0—85.

Раздел 2. Заменить ссылки: ГОСТ 4461—67 на ГОСТ 4461—77, ГОСТ 3118—67 на ГОСТ 3118—77, ГОСТ 6552—58 на ГОСТ 6552—80, ГОСТ 4204—66 на ГОСТ 4204—77, ГОСТ 4197—66 на ГОСТ 4197—74, ГОСТ 4527—65 на ГОСТ 20490—75, ГОСТ 9336—60 на ГОСТ 9336—75.

Пункт 3.1. Первый абзац изложить в новой редакции (кроме табл. 1): «Величина аликвотной части раствора при массе навески равной 0,5 г, в зависимости от массовой доли ванадия, указана в табл. 1»;

таблица 1. Заменить слова: «Содержание ванадия в %» на «Массовая доля ванадия, %»;

пятый абзац. Заменить слово: «содержания» на «массовой доли»;

восьмой абзац. Заменить слова: «содержание» на «массовую долю», «калибровочному» на «градуировочному».

Пункт 3.2. Первый абзац. Заменить слово: «калибровочного» на «градуировочного»;

второй абзац. Заменить слова: «содержаниям» на «массовым долям», «калибровочный» на «градуировочный».

Раздел 4 изложить в новой редакции:

«4. Обработка результатов

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

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

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

m — масса навески руды или концентрата, соответствующая аликвотной части раствора, г.

4.2. Абсолютные допускаемые расхождения результатов параллельных определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должны превышать допускаемых значений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля ванадия, %	Абсолютные допускаемые расхождения, %
От 0,005 до 0,01	0,006
Св. 0,01 » 0,03	0,01
» 0,03 » 0,05	0,016
0,05 » 0,1	0,02
» 0,1 » 0,2	0,03

gost.e-ecolog.ru

(ИУС № 11 1985 г.)