УДК 622.349.21 : 546.881.4—31.06 : 006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

БОКСИТ

Метод определения оксида ванадия (V)

Bauxite. Method for the determination of vanadium oxide (V)

ГОСТ 14657.13—78

ОКСТУ 1711

Срок действия с 01.01.79 до 01.01.94

Настоящий стандарт распространяется на боксит и устанавливает фотоколориметрический метод определения массовой доли оксида ванадия (V) от 0,005 до 0,5%.

Метод основан на образовании в сернокислом растворе окрашенного в фиолетовый цвет комплексного соединения ванадия (V) с N-бензоил-N-фенилгидроксиламином, которое экстрагирует хлороформом.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 14657.0—78.

2. АППАРАТУРА, РАСТВОРЫ И РЕАКТИВЫ

Фотоэлектроколориметр типов ФЭК-60, КФК или спектрофотометр типов СФ-26, СФ-16 или аналогичные.

Весы лабораторные по ГОСТ 24104—80 2-го класса точности.

Кислота соляная по ГОСТ 3118—77.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, разбавленная 1:1 и раствор с молярной концентрацией эквивалента 8 моль/дм^3.

N-бензоил-N-фенилгидроксиламин, раствор с массовой долей 0,1% в хлороформе.

Издание официальное

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

gost.e-ecolog.ru

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

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328—77, раствор с массовой долей 5 %.

Водорода перекись по ГОСТ 10929—76, раствор с массовой долей 1%.

Хлороформ.

Индикаторная бумага конго.

Оксид ванадия (V).

Стандартные растворы ванадия.

Раствор А; готовят следующим образом: 0,2500 г оксида ванадия (V), предварительно высушенной при температуре 110°С и охлажденной в эксикаторе, растворяют в 8 см³ раствора гидроксида натрия, затем раствор подкисляют 10 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, переливают в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора А содержит 0,25 мг оксида ванадия (V).

Раствор Б; готовят перед употреблением следующим образом: пипеткой отбирают 20 см³ раствора А в мерную колбу вместимостью 500 см³, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора Б содержит 0,01 мг оксида ванадия (V).

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

3.1. В делительную воронку вместимостью 200 см³ отбирают пипеткой в зависимости от массовой доли ванадия 2—50 см³ раствора, приготовленного по ГОСТ 14657.12—78, и осторожно по каплям нейтрализуют раствор серной кислотой, разбавленной 1:1, в присутствии бумаги конго. К раствору приливают 17,0 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, воды до объема 70 см³ и для окисления ванадия по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой розовой окраски.

Через 5 мин в делительную воронку приливают 10 см³ раствора N-бензоил-N-фенилгидроксиламина, затем 32 см³ раствора соляной кислоты. Соляную кислоту приливают непосредственно перед экстракцией цветного комплекса. Поэтому реактив и соляную кислоту приливают вначале только в один раствор и затем сразу экстрагируют. Раствор встряхивают в течение 1 мин и после разделения фаз сливают хлороформную фазу 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.

Если в пробе содержится хром в количестве, превышающем

массовую долю ванадия в 10 раз, что заметно по коричневатой окраске хлороформных экстрактов, то его перед окислением ванадия восстанавливают в сернокислой среде, приливая 0,5 см³ перекиси водорода.

Оптическую плотность раствора измеряют на фотоэлектроколориметре или на спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 526 нм.

Раствором сравнения служит хлороформ.

Одновременно через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По величине оптической плотности испытуемого раствора с учетом контрольного опыта определяют массовую долю оксида ванадия (V) по градуировочному графику.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

3.2. Для построения градуировочного графика в делительные воронки вместимостью по 200 см³ из микробюретки приливают 0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,010; 0,020; 0,040; 0,060; 0,080 мг оксида ванадия (V). В каждую делительную воронку приливают по 17,0 см³ серной кислоты, разбавленной 1:1, воды до объема 70 см³ и далее анализ продолжают, как указано в п. 3.1.

Раствором сравнения служит раствор, в который ванадий не добавляли.

По полученным значениям оптической плотности растворов и известным массовым долям оксида ванадия (V) строят градуировочный график.

4. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

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

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

где m_1 — масса оксида ванадия (V), найденная по градуировочному графику, мг;

V — общий объем раствора, см³;

V_1 — объем аликвотной части раствора, см³;

m — масса навески боксита, г.

4.2. Допускаемое расхождение между результатами параллельных определений не должно превышать величины, указанной в таблице.

Массовая доля оксида ванадия (V) в боксите, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	сходимости	воспроизводимости
От 0,005 до 0,010 включ.	0,002	0,003
Св. 0,010 » 0,050 »	0,004	0,006
» 0,05 » 0,20 »	0,01	0,02
» 0,20 » 0,50 »	0,03	0,04

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. **РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН Министерством цветной металлургии СССР**

   РАЗРАБОТЧИКИ

   Л. С. Васильева, Т. И. Жилина, Е. Я. Гринькова, С. И. Медведева, Н. Ф. Парфенова, А. А. Диденко

2. **УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 26.04.78 г. № 1113**

3. **Введен впервые**

4. **ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ**

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта
ГОСТ 3118—77	2
ГОСТ 4204—77	2
ГОСТ 4328—77	2
ГОСТ 10929—76	2
ГОСТ 14657.0—78	1.1
ГОСТ 14657.12—78	3.1
ГОСТ 20490—75	2
ГОСТ 24104—80	2

5. **Срок действия продлен до 01.01.94 Постановлением Госстандарта СССР от 11.08.88 № 2909**

6. **Переиздание (сентябрь 1991 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июле 1988 г. (ИУС 12—88)**

gost.e-ecolog.ru