ГОСТ 25542.6—93
(ИСО 1618—76)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОКСИДА ВАНАДИЯ

Издание официальное

БЗ 1—95

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Госстандартом России

ВНЕСЕН Техническим секретариатом Межгосударственного Совета по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации 21 октября 1993 г.

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа стандартизации
Республика Беларусь	Белстандарт
Кыргызская Республика	Кыргызстандарт
Республика Молдова	Госдепартамент Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Туркменглавгосинспекция
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Комитета Российской Федерации по стандартизации, метрологии и сертификации от 02.06.94 № 160 межгосударственный стандарт ГОСТ 25542.6—93 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 01.01.95

4 ВЗАМЕН ГОСТ 25542.6—83

© ИПК Издательство стандартов, 1995

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен на территории Российской Федерации в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

УДК 669.349.2:543.28:006.354 Группа А39

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГЛИНОЗЕМ

Методы определения оксида ванадия

Alumina. Methods for the determination of vanadium oxide

ГОСТ 25542.6—93

(ИСО 1618—76)

ОКСТУ 1711

Дата введения 01.01.95

1. НАЗНАЧЕНИЕ И ОБЛАСТЬ ПРИМЕНЕНИЯ

Настоящий стандарт распространяется на глинозем и устанавливает фотометрические методы определения оксида ванадия (V):

с применением N-бензол-N-фенилгидроксиламина — при массовой доле оксида ванадия от 0,0005 до 0,2%, если массовая доля оксида хрома и диоксида титана, не превышает соответственно 0,002 и 0,006%;

с применением фосфорновольфрамовой кислоты — при массовой доле оксида ванадия от 0,005 до 0,02%.

Дополнения и изменения, отражающие потребности народного хозяйства, выделены курсивом.

2. ССЫЛКИ

ГОСТ 25542.0 Глинозем. Общие требования к методам химического анализа.

ГОСТ Р 50332.1 Глинозем. Методы разложения пробы и приготовления раствора.

ГОСТ 27798 Глинозем. Отбор и подготовка проб.

ГОСТ 25389 Глинозем. Метод подготовки пробы к испытанию.

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С N-БЕНЗОИЛ-N-ФЕНИЛГИДРОКСИЛАМИНОМ

Метод основан на щелочном разложении пробы, окислении ванадия до ванадия (V) перманганатом калия в растворе серной кис-

Издание официальное

лоты 4,5 моль/дм³, образовании фиолетового комплексного соединения ванадия (V) с N-бензоил-N-фенилгидроксиламином, экстракции комплексного соединения хлороформом и измерении оптической плотности раствора при длине волны 524 нм.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Обычное лабораторное оборудование

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр с фильтрами, обеспечивающими максимальное светопоглощение от 520 до 530 нм.

Делительные воронки с очень узким горлышком вместимостью 150 см³.

Во время проведения анализа используют только реактивы по качеству не ниже ч.д.а. и дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

Кислота серная по ГОСТ 4204, растворы 16 и 8 моль/мл³. Осторожно наливают 450 см³ серной кислоты ($\rho \approx 1{,}84$ г/см³, приблизительно 96%-ный по массе раствор) в сосуд, содержащий 500 см³ воды, охлаждают, доводят объем до 1000 см³ и перемешивают.

Кислота соляная по ГОСТ 3118, $\rho \approx 1{,}19$ г/см³, приблизительно 38%-ный раствор.

Калий марганцово-кислый по ГОСТ 20490, растворы 0,6 г/дм³ и с массовой долей 0,5%.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор с массовой долей 5%. Раствор готовят и хранят в полиэтиленовом сосуде.

Карбонат натрия безводный по ГОСТ 83.

Кислота борная по ГОСТ 9656 или

трехокись бора;

Натрий тетраборно-кислый по ГОСТ 4199, обезвоженный при температуре 400 °С.

Раствор-фон 12 г углекислого натрия и 4 г борной кислоты или 10,3 г углекислого натрия и 3,3 г тетраборнокислого натрия помещают в платиновую чашку, перемешивают и растворяют при нагревании в 100 см³ воды. Раствор охлаждают, переносят в стакан вместимостью 400 см³, содержащий 48 см³ раствора серной кислоты 8 моль/дм³. Раствор охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Хлороформ, не содержащий этилового спирта, по ГОСТ 20015. Очищают хлороформом, $\rho \approx 1{,}49$ г/см³, промыв его пять-шесть раз количеством воды, составляющим половину взятого объема хлороформа. Высушивают в присутствии безводного хлорида кальция и

перегоняют, собирая дистиллят в сосуд из темного стекла. Хранят в темном прохладном месте при температуре ниже 25 °С.

N-бензоил-N-фенилгидроксиламин, раствор с массовой долей 0,1% в хлороформе. Раствор хранят в сосуде из темного стекла не более 7 сут.

Ванадия (V) оксид.

Стандартные растворы ванадия

Раствор А: 0,25 г предварительно высушенного при температуре 110 °С в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе оксида ванадия растворяют в 8 см³ гидроксида натрия. Добавляют 10 см³ раствора серной кислоты, переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,00025 г оксида ванадия (V).

Раствор Б: 10,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г оксида ванадия (V).

3.2. Проведение анализа

3.2.1. Аликвотную часть сернокислого раствора пробы, приготовленного по методу разложения пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, отбирают в количестве 50 см³ при массовой доле оксида ванадия до 0,01% или 25 см³ при массовой доле его свыше 0,01% и помещают в делительную воронку вместимостью 250 см³, *предварительно смочив кран воронки хлороформом*. Если аликвотная часть составляет 25 см³, добавляют 25 см³ раствора-фона. В делительную воронку добавляют 15 см³ раствора серной кислоты 16 моль/дм³, предварительно охлажденной до температуры ниже 20 °С, добавляют по каплям раствор марганцовокислого калия до устойчивой бледно-розовой окраски, встряхивают и оставляют на 5 мин. Затем добавляют 10 см³ раствора N-бензоил-N-фенилгидроксиламина и 32 см³ соляной кислоты, предварительно охлажденной до 10 °С, и встряхивают 1 мин. После расслоения хлороформную фазу сливают в сухую мерную колбу вместимостью 50 см³. Экстракцию повторяют с новой порцией 10 см³ хлороформа, сливая хлоформную фазу через тот же фильтр в ту же мерную колбу. Раствор доливают до метки хлороформом и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения растворов соответствует длине волны 524 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Массу оксида ванадия в растворе находят по градуировочному графику.

3.2.2. Для построения градуировочного графика в восемь делительных воронок вместимостью 250 см³ каждая, *краны которых предварительно смачивают хлороформом,* отмеряют 0; *0,5;* 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0 и *10,0* см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; *0,000005*; 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00006; 0,00008 и *0,0001* г оксида ванадия. Во все воронки добавляют по 20 см³ раствора серной кислоты 16 моль/дм³, предварительно охлажденной до температуры ниже 25 °С (*20 °С*), объем растворов доводят до 70 см³ водой, добавляют 3—4 капли (*по каплям*) раствора перманганата калия до устойчивой бледно-розовой окраски и далее поступают согласно п. 3.2.1.

Для предотвращения восстановления ванадия соляную кислоту добавляют непосредственно перед экстракцией. Поэтому процедуру анализа следует проводить до конца, каждый раз обрабатывая только одну пробу.

Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора ванадия.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам оксида ванадия строят градуировочный график

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю ванадия в виде пентоксида ванадия в процентах вычисляют по формуле

$$m_1 \times \frac{D}{10m_0},$$

где m_1 — масса пентоксида ванадия, содержащаяся в аликвотной части основного раствора, мг;

D — соотношение объемов основного раствора и аликвотной части, взятой для определения;

m_0 — масса навески пробы, взятой для приготовления основного раствора, г.

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

$$X = \frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2} \cdot 100,$$

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

V_1 — *объем основного раствора, см³;*

m — *масса навески глинозема, г;*

V_2 — *объем аликвотной части раствора, см³.*

3.3.3. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице.

Массовая доля оксида ванадия, %	Допускаемое расхождение, % (абс.)	
	$d_{ех}$	$d_{вс}$
От 0,0005 до 0,0010 включ.	0,0004	0,0008
Св. 0,0010 » 0,0030 »	0,0008	0,0015
» 0,003 » 0,005 »	0,001	0,002
» 0,005 » 0,010 »	0,002	0,003
» 0,010 » 0,020 »	0,003	0,005

3.4. Протокол анализа

Протокол анализа должен содержать следующие данные:

идентификацию исследуемого материала;

ссылку на применяемый метод;

результаты анализа и метод их выражения;

особенности, отмеченные в процессе анализа;

любые операции, не предусмотренные настоящим стандартом или считающиеся необязательными.

4. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД С ФОСФОРНОВОЛЬФРАМОВОЙ КИСЛОТОЙ

Метод основан на щелочном разложении пробы, образовании желтого соединения ванадия с фосфорновольфрамовой кислотой и измерении оптической плотности раствора при длине волны 400 нм.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Спектрофотометр или фотоэлектроколориметр.

Кислота азотная по ГОСТ 4461, раствор 8 моль/дм³.

Кислота ортофосфорная по ГОСТ 6552.

Натрий вольфрамово-кислый по ГОСТ 18289, раствор с массовой долей 16%.

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

Ванадия (V) оксид.

Стандартные растворы ванадия

Раствор А: 0,2500 г предварительно высушенного при температуре 110 °С в течение 1 ч и охлажденного в эксикаторе оксида ванадия растворяют в 8 см³ раствора гидроксида натрия, добавляют 10 см³ раствора азотной кислоты, переносят в мерную кол-

бу вместимостью 1000 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

1 см³ раствора А содержит 0,00025 г оксида ванадия (V).

Раствор Б: 10,0 см³ раствора А переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, доливают до метки водой и перемешивают. Раствор готовят перед применением.

1 см³ раствора Б содержит 0,00001 г оксида ванадия (V).

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Аликвотную часть объемом 50 см³ азотно-кислого раствора пробы, приготовленного разложением пробы сплавлением по ГОСТ Р 50332.1, помещают в стакан вместимостью 250 см³, добавляют 20 см³ раствора азотной кислоты и нагревают до температуры 90 °С.

Затем добавляют 4 см³ ортофосфорной кислоты, 4 см³ раствора вольфрамово-кислого натрия и перемешивают. После охлаждения раствора переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают до метки водой и перемешивают.

Через 15 мин измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре, учитывая, что максимум светопоглощения раствора соответствует длине волны 400 нм. Раствором сравнения служит раствор контрольного опыта, проведенный через все стадии анализа.

Массу оксида ванадия находят по градуировочному графику.

4.2.2. Для построения градуировочного графика в восемь мерных колб вместимостью 100 см³ каждая отмеряют 0; 1,0; 2,0; 4,0; 8,0; 12,0; 16,0 и 20,0 см³ стандартного раствора Б, что соответствует 0; 0,00001; 0,00002; 0,00004; 0,00008; 0,00012; 0,00016 и 0,00020 г оксида ванадия. Во все колбы добавляют воду до объема 50 см³, затем по 20 см³ раствора азотной кислоты, нагревают до температуры 90 °С и далее поступают согласно п. 4.2.1. Раствором сравнения служит раствор, не содержащий стандартного раствора ванадия.

По полученным значениям оптических плотностей и соответствующим им массам оксида ванадия строят градуировочный график.

4.3. Обработка результатов

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

$$X=\frac{m_1 \cdot V_1}{m \cdot V_2},$$

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

V_1 — объем основного раствора, см^3;

m — масса навески глинозема, г;

V_2 — объем аликвотной части раствора, см^3.

4.3.2. Допускаемые расхождения результатов параллельных определений и результатов анализа не должны превышать значений, указанных в таблице.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер раздела, пункта, подпункта
ГОСТ 83—79	3.1
ГОСТ 3118—77	3.1
ГОСТ 4199—76	3.1
ГОСТ 4204—77	3.1
ГОСТ 4328—77	3.1, 4.1
ГОСТ 4461—77	4.1
ГОСТ 6552—80	4.1
ГОСТ 9656—75	3.1
ГОСТ 18289—78	4.1
ГОСТ 20015—88	3.1
ГОСТ 20490—75	3.1
ГОСТ 25389—93	2
ГОСТ 25542.0—93	2
ГОСТ 27798—93	2
ГОСТ Р 50332.1—93	2; 3.2.1; 4.2.1

Редактор *М. И. Максимова*
Технический редактор *Н. С. Гришанова*
Корректор *Н. И. Ильичева*

Сдано в наб. 09.06.95. Подп. в печ. 26.07.95. Усл. п. л. 0,58. Усл. кр.-отт. 0,58. Уч.-изд. л. 0,51. Тир. 389 экз. С 2671.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256, Зак. 1424
ПЛР № 040138

gost.e-ecolog.ru