МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения ванадия

Издание официальное

БЗ 11—99

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 105, Украинским научно-исследовательским и проектным институтом титана

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 9 от 12 апреля 1996 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Российская Федерация	Госстандарт России
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Украина	Госстандарт Украины

3 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 19 октября 1999 г. № 353 ст межгосударственный стандарт ГОСТ 9853.20—96 введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

4 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

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

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Общие требования 1
4 Средства измерений и вспомогательные устройства 1
5 Порядок проведения измерений 2
6 Обработка результатов измерений 3
7 Допустимая погрешность измерений 3
8 Требования к квалификации 3

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ТИТАН ГУБЧАТЫЙ

Метод определения ванадия

Sponge titanium.
Method for determination of vanadium

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения ванадия (при массовой доле ванадия от 0,002 % до 0,5 %) в губчатом титане по ГОСТ 17746.

Метод основан на образовании ванадием (V) окрашенной в зеленовато-желтый цвет фосфорно-вольфрамованадиевой гетерополикислоты и последующем измерении оптической плотности раствора.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 8.315—97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы. Основные положения, порядок разработки, аттестации, утверждения, регистрации и применения

ГОСТ 84—76 Натрий углекислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4197—74 Натрий азотистокислый. Технические условия

ГОСТ 4199—76 Натрий тетраборнокислый 10-водный. Технические условия

ГОСТ 4204—77 Кислота серная. Технические условия

ГОСТ 4217—77 Калий азотнокислый. Технические условия

ГОСТ 4328—77 Натрия гидроокись. Технические условия

ГОСТ 6552—80 Кислота ортофосфорная. Технические условия

ГОСТ 10484—78 Кислота фтористоводородная. Технические условия

ГОСТ 10929—76 Водорода пероксид. Технические условия

ГОСТ 14261—77 Кислота соляная особой чистоты. Технические условия

ГОСТ 17746—96 Титан губчатый. Технические условия

ГОСТ 18289—78 Натрий вольфрамовокислый 2-водный. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ 20490—75 Калий марганцовокислый. Технические условия

ГОСТ 23780—96 Титан губчатый. Методы отбора и подготовки проб

ГОСТ 25086—87 Цветные металлы и их сплавы. Общие требования к методам анализа

3 Общие требования

3.1 Общие требования к методу анализа — по ГОСТ 25086.

3.2 Отбор и подготовку проб проводят по ГОСТ 23780.

3.3 Массовую долю ванадия определяют по двум навескам.

4 Средства измерений и вспомогательные устройства

Спектрофотометр типа СФ-46 или колориметр фотоэлектрический концентрационный типа КФК-2 или аналогичный прибор.

Издание официальное

Кислота серная по ГОСТ 4204, ρ = 1,84 г/см^3, и раствор массовой концентрации 100 г/дм^3.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484.

Кислота соляная по ГОСТ 14261, разбавленная 1:1.

Натрия карбонат (натрий углекислый) по ГОСТ 84.

Натрия тетраборат (натрий тетраборнокислый) по ГОСТ 4199.

Смесь натрия карбоната и натрия тетрабората в отношении 1:2.

Кислота фосфорная по ГОСТ 6552, разбавленная 1:2.

Ванадия (V) оксид по действующему нормативному документу.

Пероксид водорода по ГОСТ 10929, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3.

Калия нитрат (калий азотнокислый) по ГОСТ 4217.

Калия перманганат (калий марганцовокислый) по ГОСТ 20490, раствор массовой концентрации 50 г/дм^3.

Натрия гидроксид по ГОСТ 4328, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3.

Натрия нитрит (натрий азотистокислый) по ГОСТ 4197, раствор массовой концентрации 10 г/дм^3.

Метиловый оранжевый по действующему нормативному документу.

Этанол (спирт этиловый) ректификованный технический по ГОСТ 18300.

Натрия вольфрамат (натрий вольфрамовокислый) по ГОСТ 18289, раствор массовой концентрации 50 г/дм^3.

Стандартные образцы по ГОСТ 8.315.

Стандартный раствор ванадия: 0,1785 г оксида ванадия (V) растворяют при нагревании в 10 см^3 раствора гидроксида натрия. Раствор нейтрализуют серной кислотой массовой концентрации 100 г/дм^3 и приливают ее избыток до появления желтой окраски раствора. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см^3 и доливают водой до метки.

1 см^3 стандартного раствора содержит 0,0001 г ванадия.

5 Порядок проведения измерений

5.1 Навеску пробы массой согласно таблице 1 помещают в платиновую чашку № 6, смачивают водой, приливают 10 см^3 серной кислоты, 10 см^3 фтористоводородной кислоты и ведут растворение при нагревании.

Таблица 1

Массовая доля ванадия,%	Масса навески пробы,г	Объем аликвотной части раствора,см^3
От 0,002 до 0,025 включ.	2,0	50
Св. 0,025 » 0,100 »	1,0	50
» 0,100 » 0,500 »	0,2	50

После полного растворения навески раствор упаривают досуха, после чего вновь смачивают небольшим количеством воды и упаривают досуха. Операцию повторяют дважды.

Сухой остаток сплавляют при температуре 1223 К со смесью карбоната натрия и тетрабората натрия с добавлением (на конце шпателя) нитрата калия. Плав выщелачивают водой при нагревании. После полного выщелачивания в раствор добавляют несколько капель этанола до полного обесцвечивания раствора и восстановления марганца, присутствующего в пробе, и продолжают нагревание в течение 10 мин.

Раствор с осадком переносят в мерную колбу вместимостью 100 см^3, охлаждают до комнатной температуры, доливают водой до метки, перемешивают и фильтруют через сухой фильтр «белая лента» в сухую колбу.

Аликвотную часть фильтрата помещают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, добавляют несколько капель метилового оранжевого и нейтрализуют соляной кислотой (1:1) до появления розовой окраски раствора, после чего добавляют еще 4 см^3 ее в избыток. Затем в раствор добавляют 5 капель раствора пероксида водорода и по каплям раствор перманганата калия до устойчивой розовой окраски. Избыток перманганата калия разрушают добавлением нескольких капель раствора нитрита натрия до полного обесцвечивания раствора и добавляют 1-2 капли избытка, тщательно перемешивая.

В раствор приливают 2 см^3 раствора фосфорной кислоты, разбавляют водой до объема примерно 80 см^3, добавляют 4 см^3 раствора вольфрамата натрия, доливают водой до метки и перемешивают.

Через 20 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 440 нм в кювете толщиной поглощающего слоя 50 мм. В качестве раствора сравнения используют раствор контрольного опыта.

Массу ванадия рассчитывают по градуировочному графику.

5.2 Для построения градуировочного графика в семь из восьми мерных колб вместимостью 100 $см^3$ помещают 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 $см^3$ стандартного раствора, что соответствует 0,00002; 0,00005; 0,0001; 0,0002; 0,0003; 0,0004; 0,0005 г ванадия. Раствор восьмой колбы служит раствором контрольного опыта.

Растворы во всех колбах разбавляют водой до объема примерно 50 $см^3$, нейтрализуют по метиловому оранжевому соляной кислотой (1:1), дают избыток ее 4 $см^3$ и далее поступают, как указано в 5.1.

По полученным значениям оптической плотности и соответствующим им массам ванадия строят градуировочный график.

6 Обработка результатов измерений

Массовую долю ванадия X, %, вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 V}{m V_1} \cdot 100 , \qquad (1)$$

где m_1 — масса ванадия в растворе пробы, г;

V — общий объем раствора пробы, $см^3$;

m — масса навески, г;

V_1 — объем аликвотной части раствора, $см^3$.

7 Допустимая погрешность измерений

7.1 Расхождение между результатами измерений и результатами анализа (при доверительной вероятности $P = 0,95$) не должно превышать допускаемых значений, указанных в таблице 2.

Таблица 2

Впроцентах

Массовая доля ванадия	Допускаемое расхождение между результатами параллельных измерений	Допускаемое расхождение между результатами анализа	Предел погрешности измерений Δ
От 0,0020 до 0,0060 включ.	0,0014	0,0015	0,0012
Св. 0,0060 » 0,0250 »	0,0025	0,0028	0,0022
» 0,025 » 0,100 »	0,008	0,010	0,008
» 0,100 » 0,500 »	0,020	0,020	0,016

7.2 Контроль точности результатов анализа проводят по стандартному образцу в соответствии с ГОСТ 25086.

Допускается проводить контроль точности результатов анализа по методу добавок в соответствии с ГОСТ 25086.

Добавками является стандартный раствор.

8 Требования к квалификации

К выполнению анализа допускается химик-аналитик квалификации не ниже 4-го разряда.

УДК 669.295·546.881 06:006.354 МКС 77 120 В59 ОКСТУ 1709

Ключевые слова: титан губчатый, определение ванадия, экстракционно-фотометрический метод

Редактор *Л И Нахимова*
Технический редактор *Л А Кузнецова*
Корректор *М С Кабашова*
Компьютерная верстка *А Н Золотаревой*

Изд лиц № 021007 от 10 08 95 Сдано в набор 22 02 2000 Подписано в печать 10 04 2000 Усл печ.л 0,93 Уч -изд.л 0,50
Тираж 204 экз С 4843 Зак 307

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер , 14
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
л ИПК Издательство стандартов — тип "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер , 6
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru