УДК 622.341.1:546.881-31.06:006.354 Группа А39

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

РУДЫ ЖЕЛЕЗНЫЕ, КОНЦЕНТРАТЫ, АГЛОМЕРАТЫ И ОКАТЫШИ

Методы определения пятиокиси ванадия

Iron ores, concentrates, agglomerates and pellets. Methods for the determination of vanadium pentoxide

ГОСТ 23581.21—81 (СТ СЭВ 1202—78)

Взамен ГОСТ 12752—67

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 27 февраля 1981 г. № 1193 срок действия установлен

с 01.01.1982 г.
до 01.07.1987 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на железные руды, концентраты, агломераты и окатыши и устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения пятиокиси ванадия при массовой доле от 0,02 до 1%, фотометрический — от 0,05 до 1%, титриметрический — от 0,2 до 1% и атомно-абсорбционный — от 0,02 до 1%.

Стандарт соответствует СТ СЭВ 1202—78.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования к методам анализа — по ГОСТ 23581.0—80.

2. ЭКСТРАКЦИОННО-ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании окрашенного комплекса ванадия (V) с н-бензоилфенилгидроксиламином (БФГА), экстракции его хлороформом и измерении оптической плотности раствора.

Соотношение титана и ванадия не должно превышать 5 : 1.

2.1. Аппаратура, реактивы и растворы

2.1.1. Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 650°С;

тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;

калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1:1, 1:3,1:9;

gost.e-ecolog.ru

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80;

смесь кислот: к 1 дм³ серной кислоты, разбавленной 1 : 3, приливают 333 см³ фосфорной кислоты, перемешивают и охлаждают;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 2 : 1;

кислоту фтористоводородную (плавиковую) по ГОСТ 10484—78;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—79, раствор 5 г/дм³;

н-бензоилфенилгидроксиламин (БФГА), раствор 1 г/дм³. Раствор годен в течение одной недели при хранении в темной посуде;

хлороформ технический по ГОСТ 20015—74 или медицинский;

ванадия пятиокись, ос. ч;

стандартные растворы пятиокиси ванадия:

раствор А: 2,0000 г пятиокиси ванадия, предварительно прокаленной при 500°С, растворяют в 60 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, добавляют 5 см³ азотной кислоты и нагревают до появления паров серного ангидрида. Охлаждают, добавляют 100 см³ воды и вновь нагревают до растворения солей. После охлаждения раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доливают серной кислотой, разбавленной 1 : 9, до метки и перемешивают. 1 см³ раствора А соответствует 2 мг пятиокиси ванадия;

раствор Б: 50 см³ раствора А отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки водой и перемешивают. 1 см³ раствора Б соответствует 0,2 мг пятиокиси ванадия. Раствор Б применяют свежеприготовленным.

2.2. Проведение анализа

2.2.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 0,5 г при массовой доле пятиокиси ванадия до 0,2% или 0,25 г при массовой доле пятиокиси ванадия свыше 0,2% помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, смачивают водой, приливают 45 см³ смеси кислот и медленно нагревают под часовым стеклом до растворения навески. После охлаждения обмывают стенки стакана водой, приливают 30 см³ воды и кипятят. Если навеска не растворилась полностью, раствор фильтруют через фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы. Осадок на фильтре промывают 5—6 раз горячей водой. Фильтрат сохраняют (основной раствор). Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 500—600°С. Тигель охлаждают, остаток смачивают водой, прибавляют четыре-пять капель серной кислоты, разбавленной 1 : 1,5 — 10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Остаток прокаливают при 400—500°С, охлаждают, прибавляют 1 г пиросернокислого калия и сплавляют при 600—650°С. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан с основным раствором и выщелачивают плав при нагревании. Тигель извлекают из стакана и обмывают водой. Раствор выпарива-

ют до объема 60—70 см³, охлаждают, переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, доливают водой до метки и перемешивают.

2.2.2. Аликвоту раствора в зависимости от массовой доли пятиокиси ванадия (табл. 1) помещают в стакан вместимостью 100 см³, выпаривают до объема 10 см³, окисляют 1—2 каплями раствора марганцовокислого калия и, спустя 1 мин, приливают 20 см³ соляной кислоты. Раствор переливают в делительную воронку вместимостью 100—150 см³. Стакан обмывают 20 см³ того же раствора соляной кислоты, добавляют 15 см³ раствора БФГА и встряхивают в течение 1 мин. Органическую фазу фиолетового цвета фильтруют через сухой фильтр (вату) в сухую колбу вместимостью 25 см³. Колбу закрывают пробкой.

Таблица 1

Массовая доля пятиокиси ванадия, %	Аликвота раствора, см³
От 0,02 до 0,04	50
Св. 0,04 „ 0,5	25
„ 0,5 „ 1	10

Оптическую плотность раствора измеряют через 10 мин на фотоэлектроколориметре с областью светопропускания 530—550 нм или спектрофотометре при длине волны 530 нм. В качестве раствора сравнения применяют хлороформ.

Для внесения поправки на массу ванадия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденному значению оптической плотности анализируемого раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта находят массу пятиокиси ванадия по градуировочному графику.

2.2.3. Для построения градуировочного графика в стаканы вместимостью 250—300 см³ отбирают пипеткой 0,5; 1; 2; 4; 6; 8; 10 см³ стандартного раствора пятиокиси ванадия Б, что соответствует 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6; 2 мг пятиокиси ванадия, приливают 45 см³ смеси кислот, нагревают до кипения. После охлаждения приливают 30 см³ воды и перемешивают. Растворы переливают в мерные колбы вместимостью 100 см³, охлаждают, доливают водой до метки, перемешивают. Из каждой колбы отбирают пипеткой по 25 см³ раствора в стаканы вместимостью по 100 см³, добавляют 1—2 капли раствора марганцовокислого калия, спустя 1 мин — 20 см³ соляной кислоты и далее поступают, как указано в п. 2.2.2.

Контрольный опыт для градуировочного графика получают, как указано выше, без добавления стандартного раствора пятиокиси ванадия.

По найденному значению оптической плотности растворов для градуировочного графика за вычетом оптической плотности растворов контрольного опыта и соответствующим им массам пятиокиси ванадия строят градуировочный график.

2.3. Обработка результатов

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

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

где m_1 — масса пятиокиси ванадия, найденная по градуировочному графику, мг;

m — масса навески, соответствующая аликвоте раствора, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли пятиокиси ванадия на массовую долю ее в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_г},$$

где $W_г$ — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %.

2.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля пятиокиси ванадия, %	Допускаемое расхождение, %
От 0,02 до 0,05	0,004
Св. 0,05 „ 0,1	0,01
„ 0,1 „ 0,25	0,02
„ 0,25 „ 0,5	0,05
„ 0,5 „ 1	0,07

3. ФОТОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на образовании окрашенного в желтый цвет фосфорнованадиевовольфрамового комплекса и фотометрировании окрашенного раствора. Мешающие компоненты отделяют сплавлением навески с окислительно-щелочным плавнем и выщелачиванием образовавшегося ванадата натрия водой.

3.1. Аппаратура, реактивы и растворы

3.1.1. Для проведения анализа применяют:

спектрофотометр или фотоэлектроколориметр;

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 700°С;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;
натрия перекись;
смесь для сплавления; готовят перед употреблением следующим образом: перемешивают порошкообразную перекись натрия с безводным углекислым натрием в массовом соотношении 1 : 1;
кислоту соляную по ГОСТ 3118—77, разбавленную 1 : 1;
кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80, разбавленную 1 : 2;
кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1 : 9;
кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;
калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—79, раствор 10 г/дм^3
натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор 10 г/дм^3;
водорода перекись по ГОСТ 10929—76, 1 и 3%-ные растворы (свежеприготовленные);
натрий вольфрамовокислый по ГОСТ 18289—78, раствор 100 г/дм^3;
ванадия пятиокись, ос. ч.;
стандартные растворы пятиокиси ванадия:
раствор А и раствор Б готовят, как указано в п. 2.1;
метиловый оранжевый (пара-диметиламино-азобензолсульфокислый натрий) по ГОСТ 10816—79, раствор 1 г/дм^3.

3.2 Проведение анализа

3.2.1. Масса навески руды, концентрата, агломерата или окатыша в зависимости от массовой доли пятиокиси ванадия указана в табл. 3.

Таблица 3

Массовая доля пятиокиси ванадия, %	Масса навески пробы, г
От 0,05 до 0,1	1
Св. 0,1 „ 0,2	0,5
„ 0,2 „ 0,4	0,25
„ 0,4 „ 1	0,1

3.2.2. Навеску помещают в железный тигель, в который затем насыпают 6—8 г смеси для сплавления, тщательно перемешивают, закрывают железной крышкой и сплавляют в муфельной печи при 650—700°С в течение 3—5 мин. Тигель с крышкой помещают в стакан вместимостью 250—300 см^3, приливают 50—70 см^3 горячей воды и нагревают до полного разложения плава. Тигель и крышку извлекают из стакана и обмывают горячей водой. Если раствор окрашен в зеленый цвет, приливают по каплям 3%-ный раствор перекиси водорода до полного обесцвечивания раствора и кипятят в течение 5—7 мин. Затем раствор охлаждают, переливают вместе с осадком в мерную колбу вместимостью 200 см^3, до-

ливают до метки водой и перемешивают. После отстаивания осадка раствор фильтруют через плотный сухой фильтр в сухой стакан, отбрасывая первую порцию фильтрата.

3.2.3. Аликвоту фильтрата 50 см³ переливают в стакан вместимостью 100 см³, нейтрализуют по индикатору метиловому оранжевому соляной кислотой, разбавленной 1 : 1, до изменения окраски индикатора и приливают ее в избыток 2—3 см³. Раствор выпаривают досуха, к сухому остатку приливают 3 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5—7 см³ воды и нагревают до растворения сухого остатка. Раствор фильтруют через фильтр средней плотности, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 50 см³, и промывают фильтр 3—5 раз водой.

3.2.4. К раствору, объем которого должен быть 30—40 см³, приливают 0,5 см³ 1%-ного раствора перекиси водорода и перемешивают. Затем при перемешивании, по каплям прибавляют раствор марганцовокислого калия до появления неисчезающей окраски, через 3—5 мин прибавляют по каплям раствор азотистокислого натрия до полного обесцвечивания раствора и 1—2 капли в избыток. К раствору прибавляют 2 см³ фосфорной кислоты, перемешивают, прибавляют при перемешивании 1 см³ раствора вольфрамовокислого натрия, доливают до метки водой и снова перемешивают.

3.2.5. Оптическую плотность раствора измеряют через 10 мин на фотоэлектроколориметре с областью светопропускания 400—430 нм или спектрофотометре при длине волны 400 нм. В качестве раствора сравнения применяют воду.

Для внесения поправки на массу ванадия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденному значению оптической плотности анализируемого раствора за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта находят массу пятиокиси ванадия по градуировочному графику.

3.2.6. Для построения градуировочного графика в железные тигли насыпают 6—8 г смеси для сплавления, закрывают железными крышками и сплавляют в муфельной печи при 650—700°С в течение 3—5 мин. Тигли с крышками помещают в стаканы вместимостью по 250—300 см³, приливают 50—70 см³ горячей воды и нагревают до полного разложения плава. Тигли и крышки извлекают из стаканов и обмывают горячей водой. В стаканы приливают 2, 3, 4, 5, 6 см³ стандартного раствора пятиокиси ванадия Б, что соответствует 0,4; 0,6; 0,8; 1; 1,2 мг пятиокиси ванадия. Затем растворы охлаждают, переливают вместе с осадками в мерные колбы вместимостью по 200 см³, доливают до метки водой и перемешивают. После отстаивания осадков растворы фильтруют через плотные сухие фильтры в сухие стаканы, отбрасывая первые порции фильтратов. Аликвоты фильтратов объемом 50 см³ переносят

пипеткой в стаканы вместимостью 100 см³ и далее поступают, как указано в пп. 3.2.3—3.2.5.

Контрольный опыт для градуировочного графика получают, как указано выше, без добавления стандартного раствора пятиокиси ванадия.

По найденному значению оптической плотности растворов для градуировочного графика за вычетом оптической плотности раствора контрольного опыта и соответствующим им массам пятиокиси ванадия строят градуировочный график.

3.3. Обработка результатов

3.3.1. Массовую долю пятиокиси ванадия (X_1) в процентах вычисляют, как указано в п. 2.3.1.

3.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

4. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД

Метод основан на окислении четырехвалентного ванадия до пятивалентного марганцовокислым калием и последующем титровании раствором двойной сернокислой соли закиси железа и аммония.

4.1. Аппаратура, реактивы и растворы

4.1.1. Для проведения анализа применяют:

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 700°С;

потенциометрическую установку любого типа с электродами платиново-вольфрамовый или платиново-насыщенный каломельный;

натрия перекись;

мочевину по ГОСТ 6691—77;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

кислоту серную по ГОСТ 4204—77, разбавленную 1 : 1, 1 : 9, 1 : 19;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77;

кислоту ортофосфорную по ГОСТ 6552—80;

калий марганцовокислый по ГОСТ 20490—79, раствор 25 г/дм³;

натрий азотистокислый по ГОСТ 4197—74, раствор 35 г/дм³;

ванадия пятиокись, ос. ч;

стандартные растворы пятиокиси ванадия:

раствор А готовят, как указано в п. 2.1;

раствор Б: 50 см³ раствора А отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 500 см³, доводят до метки серной кислотой, разбавленной 1 : 9, и перемешивают. 1 см³ раствора Б соответствует 0,2 мг пятиокиси ванадия;

соль закиси железа и аммония, двойную сернокислую (соль Мора), растворы 2 г/дм³ и 40 г/дм³: навеску сернокислого железа (II)-аммония растворяют в 300 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 19. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, доводят этой же кислотой до метки и перемешивают;

фенилантраниловую кислоту, раствор 2 г/дм³: 1 г фенилантраниловой кислоты растворяют в 500 см³ воды при кипячении и добавляют 1,5 г углекислого натрия.

4.1.2. *Определение массовой концентрации (С) соли Мора*

В железный или никелевый тигель вносят 4—5 г перекиси натрия и сплавляют при 650—700°С в течение 5 мин. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 400 см³, добавляют 70—80 см³ теплой воды, стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до разложения плава. Затем тигель извлекают, обмывают горячей водой и 2—3 раза серной кислотой, разбавленной 1 : 19. К раствору прибавляют 15—20 см³ стандартного раствора пятиокиси ванадия Б, осторожно прибавляют 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, затем продолжают, как указано в п. 4.2.2.

Массовую концентрацию (*С*) соли Мора по пятиокиси ванадия в граммах на кубический сантиметр вычисляют по формуле

$$C = \frac{m}{V},$$

где m — масса пятиокиси ванадия в аликвоте стандартного раствора, г;

V — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см³.

4.2. Проведение анализа

4.2.1. Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 1—0,5 г помещают в железный или никелевый тигель, перемешивают с 4—5 г перекиси натрия и сплавляют при 650—700°С в течение 5 мин. После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан вместимостью 400 см³, приливают 70—80 см³ теплой воды, стакан накрывают часовым стеклом и нагревают до разложения плава. Затем тигель извлекают, обмывают горячей водой и 2—3 раза серной кислотой, разбавленной 1 : 19. К раствору осторожно прибавляют 50 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, перемешивают и выпаривают до объема 100—120 см³.

4.2.2. К охлажденному до комнатной температуры раствору добавляют раствор марганцовокислого калия до получения розовой окраски. Из бюретки добавляют 10 см³ раствора соли Мора с массовой концентрацией 40 г/дм³ и вновь добавляют раствор марганцовокислого калия до получения розовой окраски, не исчезающей в течение 2—3 мин. Затем приливают по каплям раствор азотистокислого натрия до исчезновения розовой окраски, прибавляют

2 г мочевины, перемешивают и оставляют на 1 мин. Приливают 60 см³ серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5—10 см³ фосфорной кислоты, охлаждают и титруют раствором соли Мора с массовой концентрацией 2 г/дм³ до скачка потенциала (в случае потенциометрического варианта) или до перехода вишневой окраски раствора, получающейся при добавлении 6 капель фенилантраниловой кислоты, в зеленую — в случае визуального варианта.

При потенциометрическом варианте фосфорную кислоту можно не приливать.

4.3. Обработка результатов

4.3.1. Массовую долю пятиокиси ванадия (X_2) в процентах вычисляют по формуле

$$X_2 = \frac{C \cdot V \cdot K \cdot 100}{m},$$

где C — массовая концентрация соли Мора по пятиокиси ванадия, г/см³;

V — объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование, см³;

m — масса навески, г;

K — коэффициент пересчета массовой доли пятиокиси ванадия на массовую долю ее в сухом материале, вычисленный по формуле

$$K = \frac{100}{100 - W_г},$$

где $W_г$ — массовая доля гигроскопической влаги в анализируемой пробе, определяемая по ГОСТ 23581.1—79, %.

4.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P = 0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

5. АТОМНО-АБСОРБЦИОННЫЙ МЕТОД

Метод основан на измерении поглощения излучения спектральных ламп с полым катодом атомами ванадия при длине волны 318,4 нм.

Для атомизации растворов используют пламя закись азота — ацетилен.

5.1. Аппаратура, реактивы и растворы

5.1.1. Для проведения анализа применяют:

печь муфельную с терморегулятором, обеспечивающую температуру нагрева не менее 1050°С;

спектрофотометр атомно-абсорбционный с источником излучения для ванадия;

тигли платиновые по ГОСТ 6563—75;

ацетилен растворенный и газообразный технический по ГОСТ 5457—75;

закись азота газообразную;

натрий тетраборнокислый 10-водный по ГОСТ 4199—76, обезвоженный следующим образом: кристаллический тетраборнокислый натрий нагревают постепенно до температуры 350—400°С и прокаливают при указанной температуре в течение 1,5 ч;

натрий углекислый безводный по ГОСТ 83—79;

смесь для сплавления; готовят следующим образом: перемешивают обезвоженный тетраборнокислый натрий с безводным углекислым натрием в массовом соотношении 2 : 1;

калий пиросернокислый по ГОСТ 7172—76;

кислоту соляную по ГОСТ 3118—77 и разбавленную 1 : 1, 1 : 50;

кислоту азотную по ГОСТ 4461—77 и разбавленную 1 : 85;

кислоту фтористоводородную (плавиковую) по ГОСТ 10484—78;

калий хлористый по ГОСТ 4234—77, раствор 20 г/дм^3;

алюминий хлористый 6-водный по ГОСТ 3759—75, раствор 220 г/дм^3;

ванадий металлический;

ванадия пятиокись ос. ч;

стандартные растворы ванадия:

раствор А: 1,0000 г пятиокиси ванадия, предварительно прокаленной при температуре 500°С (или 0,5041 г ванадия) растворяют в 10 см^3 азотной кислоты, переливают в мерную колбу вместимостью 1 дм^3, доливают до метки азотной кислотой, разбавленной 1 : 85, и перемешивают. 1 см^3 раствора А соответствует 1 мг пятиокиси ванадия;

раствор Б: 10 см^3 раствора А переливают в мерную колбу вместимостью 100 см^3, доливают до метки водой и перемешивают. 1 см^3 раствора Б соответствует 0,1 мг пятиокиси ванадия. Раствор Б применяют свежеприготовленный.

5.2. Проведение анализа

5.2.1. Масса навески руды, концентрата, агломерата или окатыша в зависимости от массовой доли пятиокиси ванадия указана в табл. 4.

Таблица 4

Массовая доля пятиокиси ванадия, %	Масса навески, г	Масса смеси для сплавления, г	Масса V_2O_5 в фотометрируемом растворе, мг	Объем раствора HCl для выщелачивания, см^3
От 0,02 до 0,4	0,5	4,5	0,1—2	30
Св. 0,4 „ 1	0,2	3	0,8—2	20

5.2.2. При разложении сплавлением в платиновый тигель помещают навеску, смешивают ее с соответствующим количеством сме-

си для сплавления (см. табл. 4), накрывают тигель платиновой крышкой и сплавляют при 950—1050°С в течение 15—20 мин. После охлаждения переносят тигель с плавом в стакан вместимостью 250—300 см³, добавляют соляную кислоту, разбавленную 1 : 1 (см. табл. 4), и нагревают до полного растворения плава. Раствор переливают в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 4 см³ раствора хлористого алюминия, доливают раствор водой до метки и перемешивают.

5.2.3. При кислотном разложении навеску пробы (см. табл. 4) помещают в стакан вместимостью 250—300 см³, смачивают водой, приливают 10 см³ соляной кислоты и медленно нагревают до растворения навески. Приливают 1—2 см³ азотной кислоты, кипятят до удаления окислов азота и выпаривают досуха. Прибавляют 10 см³ соляной кислоты и выпаривают еще раз досуха.

К полученному остатку приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, нагревают до растворения и фильтруют через фильтр средней плотности, содержащий небольшое количество фильтробумажной массы. Осадок на фильтре промывают 5—6 раз горячей соляной кислотой, разбавленной 1 : 50, и 3—4 раза горячей водой. Фильтрат сохраняют (основной раствор).

Фильтр с осадком помещают в платиновый тигель, озоляют и прокаливают при 500—600°С.

Тигель охлаждают, остаток смачивают водой, прибавляют четыре-пять капель серной кислоты, разбавленной 1 : 1, 5—10 см³ фтористоводородной кислоты и выпаривают досуха. Остаток прокаливают при 400—500°С, охлаждают, прибавляют 1 г пиросернокислого калия и сплавляют при 600—650°С.

После охлаждения тигель с плавом помещают в стакан с основным раствором и выщелачивают плав при нагревании. Тигель извлекают из стакана и обмывают водой. Раствор выпаривают и переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³, добавляют 4 см³ раствора хлористого алюминия, доливают водой до метки и перемешивают.

5.2.4. Раствор, полученный по пп. 5.2.2 или 5.2.3, распыляют в пламени закись азота — ацетилен атомно-абсорбционного спектрофотометра и измеряют абсорбцию ванадия при длине волны 318,4 нм.

Каждый раствор фотометрируют дважды и для расчета берут среднее из двух значений абсорбции.

При смене растворов систему распыления промывают водой до получения нулевого показания прибора.

Для внесения в результат анализа поправки на массу ванадия в реактивах через все стадии анализа проводят контрольный опыт.

По найденным значениям абсорбции исследуемого раствора за вычетом абсорбции раствора контрольного опыта, полученного па-

раллельно с пробами, находят массу пятиокиси ванадия по градуировочному графику.

5.2.5. Для построения градуировочного графика в мерные колбы вместимостью 100 см³ отбирают пипеткой 1; 2,5; 5; 10 см³ стандартного раствора пятиокиси ванадия Б и 2; 4 см³ стандартного раствора пятиокиси ванадия А, что соответствует 0,1; 0,25; 0,5; 1; 2; 4 мг пятиокиси ванадия. В колбы приливают 20 см³ соляной кислоты, разбавленной 1 : 1, 10 см³ раствора хлористого калия, 4 см³ раствора хлористого алюминия, доливают до метки водой, перемешивают и измеряют абсорбцию растворов, как указано в п. 5.2.4.

5.2.6. Контрольный опыт для градуировочного графика получают, как указано в п. 5.2.5, без добавления стандартных растворов пятиокиси ванадия.

По найденным значениям абсорбции растворов для градуировочного графика за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта и соответствующим им массам пятиокиси ванадия строят градуировочный график.

Примечание. Поскольку диапазон линейности градуировочных графиков зависит от чувствительности применяемых приборов, то предлагаемые содержания элементов для определения в пробах (см. табл. 4) и для построения градуировочных графиков (см. п. 5.2.5) необходимо считать рекомендуемыми.

5.3. Обработка результатов

5.3.1. Массовую долю пятиокиси ванадия (X_3) в процентах вычисляют, как указано в п. 2.3.1.

5.3.2. Расхождение между результатами двух определений при доверительной вероятности $P=0{,}95$ не должно превышать величины, указанной в табл. 2.

Изменение № 1 ГОСТ 23581.21—81 Руды железные, концентраты, агломераты и окатыши. Методы определения пятиокиси ванадия

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 09.12.86 № 3721 срок введения установлен

с 01.05.87

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 0709

Пункт 2.1.1. Двенадцатый абзац Заменить ссылку: «по ГОСТ 20490—79» на «по ГОСТ 20490—75»;

тринадцатый абзац после слов «раствор 1 г/дм^3» дополнить словами: «в хлороформе».

Пункт 2.2.2. Первый абзац после слов «приливают 20 см^3 соляной кислоты» дополнить словами: «разбавленной 2:1».

Пункт 2.2.3. Первый абзац. Заменить значения: «0,5; 1; 2; 4; 6; 8; 10 см^3» на «1, 2, 4, 6, 8 см^3»; «0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6; 2 мг» на «0.2; 0,4; 0,8; 1,2; 1,6 мг».

Пункт 3.1.1 дополнить абзацем (после третьего) «тигли железные, никелевые или стеклоуглеродные»;

шестой абзац исключить;

одиннадцатый абзац. Заменить ссылку: ГОСТ 20490—79 на ГОСТ 20490—75;

четырнадцатый абзац после слова «Вольфрамовокислый» дополнить словами: 2-водный»;

(Продолжение см. с. 58)

восемнадцатый абзац. Исключить ссылку: «по ГОСТ 10816—79».

Пункт 3.2.2. Заменить слова: «Навеску помещают в железный тигель, в который затем насыпают 6—8 г смеси для сплавления, тщательно перемешивают, закрывают железной крышкой и сплавляют в муфельной печи при 650—700 °С в течение 3—5 мин» на «Навеску помещают в железный, никелевый или стеклоуглеродный тигель, смешивают с 4—5 г перекиси натрия или навеску помещают в железный, никелевый или стеклоуглеродный тигель, в который предварительно помещают 2—2,5 г углекислого натрия, перемешивают, прибавляют 2—2,5 г перекиси натрия, снова перемешивают и сплавляют при температуре 600—700 °С в течение 2—3 мин, считая с момента расплавления смеси».

Пункт 3.2.6. Первый абзац. Заменить слова: «Для построения градуировочного графика в железные тигли насыпают 6—8 г смеси для сплавления, закрывают железными крышками и сплавляют в муфельной печи при 650—700 °С в течение 3—5 мин» на «Для построения градуировочного графика в шести железных, никелевых или стеклоуглеродных тиглях сплавляют при 600—700 °С по 4—5 г перекиси натрия или смеси (1:1) углекислого натрия и перекиси натрия».

Пункт 4.1.1. Третий абзац. Заменить слова: «платиново-вольфрамовый или платиново-насыщенный каломельный» на «платина-вольфрамовый или платина-насыщенный каломельный»;

дополнить абзацем (после третьего): «тигли железные, никелевые или стеклоуглеродные»;

(Продолжение см. с. 59)

шестой абзац исключить;

десятый абзац Заменить ссылку: ГОСТ 20490—79 на ГОСТ 20490—75.

Пункт 4 2 1 Заменить слова: «Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 1—0,5 г помещают в железный или никелевый тигель, перемешивают с 4—5 г перекиси натрия и сплавляют при 650—700 °С в течение 5 мин» на «Навеску руды, концентрата, агломерата или окатыша массой 1—0,5 г помещают в железный, никелевый или стеклоуглеродный тигель, перемешивают с 4—5 г перекиси натрия и сплавляют при 600—700 °С в течение 2—3 мин, считая с момента расплавления смеси»

Раздел 5. Вводная часть Первый абзац изложить в новой редакции «Метод основан на измерении атомного поглощения ванадия при длине волны 318,4 нм».

Пункт 5.2.5. Заменить слова и значения· «1, 2,5, 5, 10 см^3 стандартного раствора пятиокиси ванадия Б и 2, 4 см^3 стандартного раствора пятиокиси ванадия А, что соответствует 0,1; 0,25, 0,5, 1, 2; 4 мг пятиокиси ванадия» на «1, 2,5, 5,0; 10; 25 см^3 стандартного раствора пятиокиси ванадия Б, что соответствует 0,1; 0,25; 0,5; 1; 2,5 мг пятиокиси ванадия».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.2.7: «5 2.7. Допускается проведение определения по методу сравнения Для приготовления раствора сравнения в три мерные колбы вместимостью 100 см^3 приливают стандартный раствор пятиокиси ванадия А или Б в количестве, соответствующем предполагаемому содержанию пятиокиси ванадия в пробе, приливают по 20 см^3 соляной кислоты, разбавленной

(Продолжение см. с. 60)

1:1, по 10 см³ раствора хлористого калия, по 4 см³ раствора хлористого алюминия, доливают водой до метки, перемешивают и измеряют абсорбцию растворов, как указано в п. 5.2.4».

Пункт 5.3.1 после слов «в процентах» дополнить «при использовании градуировочного графика».

Раздел 5 дополнить пунктом — 5.3.1*а* (после п. 5.3.1): «5.3.1а. Массовую долю пятиокиси ванадия (X_3) в процентах при использовании метода сравнения вычисляют по формуле

$$X_3 = \frac{m_1 \cdot A \cdot 100}{m \cdot A_1 \cdot 1000} \quad K,$$

где m_1 — масса пятиокиси ванадия в растворе сравнения, мг;

A — значение абсорбции анализируемого раствора за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта;

m — масса навески, соответствующая аликвоте анализируемого раствора, г;

A_1 — значение абсорбции раствора сравнения за вычетом значения абсорбции раствора контрольного опыта;

K — коэффициент пересчета массовой доли пятиокиси ванадия на массовую долю ее в сухом материале, вычисленный по п. 2.3.1».

(ИУС № 2 1987 г.)

gost.e-ecolog.ru